

НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ
імені ІГОРЯ СІКОРСЬКОГО»
Інженерно-фізичний факультет
Кафедра високотемпературних матеріалів та порошкової металургії

«На правах рукопису»

УДК 621.762.5: 661.657.5

«До захисту допущено»

Завідувач кафедри

(підпис) В. І. Мазур
(ініціали, прізвище)

“ ” _____ 2019 р.

Магістерська дисертація
за освітньо-професійною програмою

Нанотехнології та комп'ютерний дизайн матеріалів

зі спеціальності

132 Матеріалознавство

на тему: Консолідація при високих тисках і температурах порошків кубічного нітриду бору, що містять фракції нанодіапазону

Виконав магістрант II курсу, групи ФК-81мп

Шевчук Ігор Сергійович

Науковий керівник

д.х.н., професор, Туркевич В. З.

(науковий ступінь, вчене звання, прізвище, ініціали)

(підпис)

Консультант

(Охорона праці та безпека в надзвичайних ситуаціях)

к.т.н., доцент, Арламов О. Ю.

(науковий ступінь, вчене звання, прізвище, ініціали)

(підпис)

Консультант

(Економічно-організаційної частини)

к.е.н., доцент, Петренко К. В.

(науковий ступінь, вчене звання, прізвище, ініціали)

(підпис)

Нормоконтроль

к.т.н., доцент, Бірюкович Л. О.

(науковий ступінь, вчене звання, прізвище, ініціали)

(підпис)

Рецензент

(посада, науковий ступінь, вчене звання, прізвище, ініціали)

(підпис)

Засвідчую, що у цій магістерській
дисертації немає запозичень з праць
інших авторів без відповідних посилань
Магістрант _____

(підпис)

Київ – 2019 року

РЕФЕРАТ

Дипломна робота: 92 с., 30 табл., 13 рис., 40 джерел.

ВИСОКА ТЕМПЕРАТУРА, ВИСОКИЙ ТИСК, КУБІЧНИЙ НІТРИД БОРУ, НАНОПОРОШОК, СПІКАННЯ, СТРУКТУРА, ТВЕРДІСТЬ.

Об'єкт дослідження – процеси спікання при високому тиску і температурі надтвердих композитів cBN, що містять фракції нанодіапазону.

Мета роботи – вивчення формування структури і властивостей полікристалів при спіканні в умовах високого тиску і високих температур порошків кубічного нітриду бору, що містять фракції нанодіапазону, структури і властивостей композитів.

Метод дослідження – спікання в умовах НРНТ, визначення густини методом гідростатичного зважування, вимірювання твердості на приладі ПМТ-3 інденторами Кнупа і Вікерса при навантаженні на індентор 9,8 Н, рентгенодифракційний аналіз, електронна мікроскопія та мікрофрактографія, дослідження на абразивний знос, обробка та аналіз отриманих результатів.

Дослідженням характеристик ущільнення при високих тисках (2,5 ГПа, 4,2 ГПа і 7,7 ГПа) без термічної активації субмікронних порошків кубічного нітриду бору (cBN) з вмістом фракцій нанодіапазону від ≥ 95 до $\leq 5\%$ визначено оптимальний вміст – 15% фракцій нанодіапазону, при якому високі сили когезії між нанорозмірними частинками не гальмують ущільнення порошку.

Температури 1300-1750 К і тиск 7,7 ГПа активують пластичну деформацію, що є основним механізмом спікання. Ущільнення завершується відпадом дефектів при температурі 2300 К в полікристалах із нанопорошку, і раніше (2100 К) – з порошку з 15% нанофракцій. Перевагою монофазних полікристалів cBN, отриманих з субмікро – 15% нано порошку, є їх значно вища густина ($\rho/\rho_0=0,95$) і твердість (HKN10=28) в порівнянні з полікристалами, отриманими з нанопорошку ($\rho/\rho_0=0,93$, HKN10=18). В обох варіантах розмір зерен полікристалу успадковує розмір частинок вихідного порошку, а руйнування йде по границях зерен.

РЕФЕРАТ

Дипломная работа: 92 с., 30 табл., 13 рис., 40 источников.

ВЫСОКАЯ ТЕМПЕРАТУРА, ВЫСОКОЕ ДАВЛЕНИЕ, КУБИЧЕСКИЙ НИТРИД БОРА, НАНОПОРОШОК, СПЕКАНИЕ, СТРУКТУРА, ТВЕРДОСТЬ.

Объект исследований - процессы спекания при высоком давлении и температуре сверхтвердых композитов cBN, содержащих фракции нанодиапазона.

Цель работы - изучение формирования структуры и свойств поликристаллов при спекании в условиях высокого давления и высоких температур порошков кубического нитрида бора, содержащих фракции нанодиапазона, структуры и свойств композитов.

Метод исследования - спекание в условиях НРНТ, определения плотности методом гидростатического взвешивания, измерения твердости на приборе ПМТ-3 индентора Кнупа и Викерса при нагрузке на индентор 9,8 Н, рентгенодифракционный анализ, электронная микроскопия и микрофрактография, исследования на абразивный износ, обработка и анализ полученных результатов.

Исследованием характеристик уплотнения при высоких давлениях (2,5 ГПа, 4,2 ГПа и 7,7 ГПа) без термической активации субмикронных порошков кубического нитрида бора (cBN) с содержанием фракций нанодиапазона от ≥ 95 до $\leq 5\%$ определено оптимальное содержание - 15% фракций нанодиапазона, при котором высокие силы когезии между наноразмерными частицами не тормозят уплотнения порошка.

Температуры 1300-1750 К и давление 7,7 ГПа активируют пластическую деформацию, является основным механизмом спекания. Уплотнение завершается отжигом дефектов при температуре 2300 К в поликристаллах из нанопорошка, и раньше (2100 К) - из порошка с 15% нанодифракций. Преимуществом монофазных поликристаллов cBN, полученных с субмикро-15% нано порошка, является их значительно выше плотность ($\rho / \rho_0 = 0,95$) и твердость (HKN10 = 28) по сравнению с поликристаллов, полученным из нанопорошка ($\rho / \rho_0 = 0,93$, HKN10 = 18).

ABSTRACT

Diploma work: 92 p., 30 tab., 13 fig., 40 sources.

HIGH TEMPERATURE, HIGH PRESSURE, CUBIC BORON NITRIDE, NANOPOWDER, SINTERING, STRUCTURE, HARDNESS.

The object of the study is the processes of sintering at high pressure and temperature of super-hard *c*BN composites containing nano-fraction fractions.

The purpose of the work is to study the formation of the structure and properties of polycrystals during sintering under high pressure and high temperatures of powders of cubic nitride of boron containing nanoparticle fractions, structures and properties of composites.

Research method it is a Sintering under HPHT, determination of density by hydrostatic weighing method, measurement of hardness on PMT-3 device by Knup and Vickers indenters at 9.8 N indenter, x-ray diffraction analysis, electron microscopy and microfractography, abrasive wear research, processing and analysis received results.

An optimum content of 15% nanoparticle fractions was determined by studying the densification characteristics at high pressures (2.5 GPa, 4.2 GPa and 7.7 GPa) without thermal activation of submicron powders of cubic nitride boron (*c*BN) containing nano-fraction fractions from ≥ 95 to $\leq 5\%$, in which the high forces of cohesion between nanoscale particles do not inhibit the sealing of the powder.

The temperatures of 1300-1750 K and the pressure of 7.7 GPa activate plastic deformation, which is the main mechanism of sintering both into nanopowders, and in the mixture of submicro-15% nano. The seal ends with an annealing of defects at a temperature of 2300 K in polycrystals of nanopowders, and before (2100 K) - from a powder of 15% nanofraction. The advantage of monophase *c*BN polycrystals obtained from submicro-15% nano powder is their significantly higher density ($\rho / \rho_0 = 0.95$) and hardness (HKN10 = 28) compared to polycrystals obtained from nanopowders ($\rho / \rho_0 = 0, 93$, HKN10 = 18). In both versions, the size of the grains of the polycrystal inherits the size of the particles of the initial powder, and the destruction proceeds along the boundaries of the grains.

ЗМІСТ

ВСТУП.....	10
1 ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД	12
1.1 Консолідація нанопорошків кубічного нітриду бору.....	12
1.2 Інструментальні матеріали PCBN на світовому ринку	19
1.3 Висновки та постановка завдання дослідження	25
2 МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ.....	27
2.1 Характеристики вихідних матеріалів.....	27
2.2 Технологічне устаткування та методи дослідження	28
3 РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕНЬ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ	36
3.1 Ущільнення порошків і еволюція реальної структури cBN під високим тиском без термічної активації.....	36
3.2 Еволюція реальної структури cBN під впливом високого тиску і високої температури, фазовий склад та властивості полікристалів	42
4 ОХОРОНА ПРАЦІ ТА БЕЗПЕКА В НАДЗВИЧАЙНИХ СИТУАЦІЯХ	49
4.1 Безпека технологічного обладнання	50
4.2 Безпека технологічного процесу	52
4.3 Висновки до розділу охорони праці та безпеки в НС	54
5 ЕНЕРГЕТИЧНИЙ РОЗДІЛ	55
6 ОРГАНІЗАЦІЙНИЙ РОЗДІЛ	58
6.1 Розрахунок чисельності виробничих робітників.....	58
6.2 Визначення фондів заробітної плати	61
6.3 Розрахунок продуктивності праці	63
7 ЕКОНОМІЧНИЙ РОЗДІЛ	64
7.1 Науково-технічна актуальність ДР	64
7.2 Мета та завдання науково-дослідницької роботи	65
7.3 Розрахунок планової собівартості проведення дослідження.....	65
7.3.1 Розрахунок фонду заробітної плати виконавців.....	66
7.3.2 Єдиний соціальний внесок	67
7.3.3 Витрати на спец. обладнання для проведення експериментів.....	68
7.3.4 Визначення витрат на матеріали, необхідні для проведення експериментів.....	68
7.3.5 Визначення витрат на службові відрядження.....	69

7.3.6 Визначення інших прямих неврахованих витрат по темі	69
7.3.7 Накладні витрати.....	70
7.3.8 Розроблення планової калькуляції кошторисної вартості теми	70
7.3.9 Науково-технічна ефективність НДР	71
7.4 Висновки до економічного розділу	72
8 РОЗРОБЛЕННЯ СТАРТАП-ПРОЕКТУ.....	73
8.1 Актуальність.....	73
8.2 Мета і завдання стартап проекту.....	73
8.3 Опис ідеї проекту	74
8.3.1 Технологічний аудит ідеї проекту.....	75
8.4 Аналіз ринкових можливостей запуску стартап-проекту	75
8.5 Розроблення ринкової стратегії проекту.....	82
8.6 Розроблення маркетингової програми стартап-проекту	83
8.7 Формування системи збуту.....	84
8.8 Висновки до розділу стартап-проекту	85
ВИСНОВКИ	86
CONCLUSIONS.....	87
ПЕРЕЛІК ДЖЕРЕЛ ПОСИЛАНЬ	88

ВСТУП

Актуальність досліджень наноструктурних систем, пошуку їх особливих властивостей і технологічних рішень засвідчує постійна підтримка в Європі таких програм. В Україні роботи в області технологій отримання і дослідження наноматеріалів успішно проводять в ряді інститутів Національної академії наук.

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАНУ є провідною в Україні організацією, де проводять роботи по вивченню процесів спікання під високим тиском порошків алмазу і кубічного нітриду бору з розміром частинок в нанодіапазоні, дослідженню фазових перетворень і реакційної здатності таких порошків та створенню композиційних матеріалів з їх використанням.

В значній мірі цьому сприяє наявність обладнання і апаратів для створення високих тисків, а також те, що в ІНМ НАНУ вперше розроблено спосіб і отримані (методом гідравлічної класифікації на центрифугах) порошки КНБ з розміром частинок в нанодіапазоні, з вмістом 100% кубічної модифікації. Отримання такого порошку, дослідження його властивостей, фазових і структурних перетворень під дією тисків і температур, оцінки можливості створення композиційних матеріалів з їх використанням було виконано в рамках теми 1.6.7.0117 [1]. Її результати показали можливість успадкування в монофазних полікристалах кубічного нітриду бору структури вихідного нанопорошку і недостатню міцність границь зерен таких полікристалів. Реакційним спіканням нанопорошків кубічного нітриду бору з добавками алюмінію і ультрадисперсного нітриду титану отримали композити з твердістю 28 ГПа. В таких зразках була досягнута гомогенність структури окремих фаз, але розподіл в об'ємі матеріалу фазових складових (і, відповідно, твердості) не відповідав структурі гомогенного матеріалу. Слід зазначити, що створення композитів з гомогенним фазовим складом і ультрадисперсною структурою, навіть, якщо їх фізико-механічні властивості будуть не нижче рівня таких у відомих композитах киборит-2 і киборит-3, дозволить значно розширити області застосування ріжучих пластин на операціях тонкого точіння, розмірної обробки поверхні.

Основна ідея полягає у використанні для реакційного спікання композитів суміші порошків кубічного нітриду бору нано- і субмікродіапазонів, алюмінію і/або тугоплавких сполук титану. Формування структури таких композитів відбувається внаслідок процесів консолідації більш крупних порошків КНБ з утворенням щільного каркасу, який забезпечить твердість матеріалу, і реакційної взаємодії між нанорозмірним порошком кубічного нітриду бору і алюмінієм з утворенням фаз, які забезпечать достатню в'язкість руйнування композиту.

Метою роботи є вивчення умов формування структури і властивостей полікристалів при спіканні в умовах високого тиску порошків кубічного нітриду бору, що містять фракції нанодіапазону, структури і властивостей композитів, отриманих реакційним спіканням таких порошків з алюмінієм і тугоплавкими сполуками титану. Відповідно, основні задачі роботи склали два напрямки:

- дослідження закономірностей ущільнення монофазних порошків кубічного нітриду бору, в яких певну частку складають фракції нанодіапазону, особливостей еволюції їх фазового складу і структури, формування властивостей;
- дослідження особливостей реакційної взаємодії вищезазначених дисперсних систем кубічного нітриду бору з алюмінієм і тугоплавкими сполуками титану, вплив такої взаємодії на фазові і структурні перетворення, процес ущільнення і формування властивостей композиту.

1 ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД

1.1 Консолідація нанопорошків кубічного нітриду бору

За період становлення і розвитку досліджень в області наноматеріалів (НМ) (наноструктуровані матеріали, нанофазні матеріали, нанокристалічні матеріали) і нанотехнологій (1990 – 2004 р.р.) клас таких матеріалів зростає і розширювався. Перше визначення НМ згідно Фейнману і Зігелю [2]: до НМ належать матеріали, які складаються з зерен або частинок розмірами від 1 до 100 нм. Для тримірних наноструктур в [2] наведена залежність частки матеріалу (ат.%) в границях зерен від розміру зерен, якщо границя складає 0,5-1 нм (2-3 атомних шара). Така частка співрозмірна з часткою в зернах до розміру 30 нм, при наближенні до 100 нм різниця складає 1 – 2 порядки. Наслідком цього є значний вклад границь зерен у властивості НМ.

Перше формальне визначення наноматеріалів (НМ) – це матеріали, які складаються з зерен, або частинок розмірами від 1 до 100 нм. Нанокристалічні матеріали (НКМ) – це НМ з кристалічною ґраткою, а їх структурні елементи мають розміри до 100 нм [2], [3].

Визначення "нанопорошок" (НП) може бути віднесено до нанорозмірного порошку, частинки якого мають розміри не більше 100 нм, незалежно від їх структури. Більш строгий науковий підхід до визначення наноструктури і наночастинок пов'язаний в першу чергу з виявленням в них нових властивостей, яких не має об'ємна фаза, що обумовлено співрозмірністю розміру наночастинок з кореляційним радіусом фізичного процесу. В той же час наночастинка може мати складну будову, її лінійний радіус перевищувати 100 нм, а її особливі властивості буде визначати розмір структурного елементу. Такі частинки називають наноструктурованими матеріалами [4]. В цьому випадку визначення "нанопорошок" може бути віднесено до наноструктурованого порошку, навіть якщо в ньому розмір окремих частинок перевищує 100 нм.

Класифікація [5], яка враховує не тільки розмірний фактор, але і неоднорідності хімічного і фазового складу, дає визначення "нанокомпозити". Це

гетерофазні матеріали, де нанокристали занурені в матрицю, при цьому склад (хімічний, фазовий) нанокристалів і матриці різні.

Класифікація Зігеля [19] (нуль-, одно-, двох- і трьовимірні наноструктури) дає визначення нанорозмірних фаз і нанофазних матеріалів. До останніх відносяться і такі, де одна нанорозмірна фаза занурена в фази значно більшого розміру. Не виключає такий підхід і класифікація Гляйтера [7], яка враховує не тільки розмірний фактор, але і неоднорідності хімічного і фазового складу. Така класифікація містить групу гетерофазних наноматеріалів (нанокомпозити), де нанокристали занурені в матрицю, при цьому склади (хімічний, фазовий) нанокристалів і матриці різні.

До наноструктурованих матеріалів Гляйтер [5] пропонує віднести і такі, де нанорозмірні структури існують тільки в тонкому приповерхневому шарі масивного матеріалу.

Причинно-наслідковий зв'язок між масштабним фактором і властивостями нанокристалічного матеріалу проаналізував В. В. Скороход [20]. Особливість структури НКМ – висока некогерентність міжфазних границь і при цьому зменшення густини атомів в границях зі зміною координаційного числа, властивого досконалому кристалу. Структура границь зерен, перш за все кількість вільного об'єму, ступінь досконалості кристалічної ґратки, визначають властивості наноструктурних матеріалів. Особливо підкреслюється, що з двох факторів – масштабного і структурного (некогерентні границі) визначальним для властивостей НКМ є другий.

Такої ж думки дотримується Кьостер [21], за класифікацією якого саме особливий стан кристалічної ґратки в границях зерен є критерієм нанофазних (в тому числі нанокристалічних) матеріалів

Особливі властивості НКМ реалізуються тоді, коли характеристичний розмір елементів, що складають наноструктуру, стає умовою критичної зміни того, чи іншого фізичного процесу. Наприклад, змінюються умови масопереносу (дифузії), руху дислокацій, тощо. Цей висновок підтверджується результатами, викладеними в колективних монографіях С. І. Сидоренка [22] і В. В. Скорохода [23].

Подібної думки дотримуються спеціалісти з механіки наноматеріалів. В аналітичному огляді [24] підкреслюється, що інтегральні фізичні властивості окремих наночастинок відрізняються від властивостей звичайних матеріалів перш за все тому, що більша частина атомів наночастинки розміщена на поверхні. Крім того, різні особливості фізичної і хімічної будови наночастинок (їх місце між мікро- і макросвітом) проявляються в їх особливих механічних властивостях, вищих за властивості традиційних матеріалів. Підкреслюється, що структура деяких наноутворень складна і нерегулярна, тому їх континуальний опис потребує мікроструктурних підходів.

Для полікристалів з розміром зерен в діапазоні мікрометрів і десятків мікрометрів вплив масштабного фактору на властивості відомий. Згідно залежності Холла–Петча, межа плинності полікристала (σ_T) є функцією межі плинності монокристалу (σ_T^0) і середнього розміру зерен (\bar{L}) [25]:

$$\sigma_T = \sigma_T^0 + K \cdot \bar{L}^{-1/2}. \quad (1.1)$$

З врахуванням якісної кореляції між межею плинності і твердістю полікристалів, співвідношення Холла–Петча поширюється на твердість. Звідси прогнози [26] про можливість зростання за рахунок масштабного фактору твердості, в тому числі високотвердих матеріалів.

Для межі міцності крихких і квазікрихких матеріалів масштабний фактор є висновком з теорії Гриффітса, якщо припустити кореляцію між розміром тріщини (\bar{C}) і середнім розміром зерна (\bar{L}) [26]:

$$\sigma = \{ (E \cdot \gamma_{\text{ЕФ}}) / (\pi \cdot f(v) \cdot \bar{C}) \}^{1/2}, \quad (1.2)$$

де E - модуль Юнга;

$\gamma_{\text{ЕФ}}$ - ефективна вільна енергія утворення одиниці площі нової поверхні;

C - середній максимальний розмір тріщини Гриффітса;

$f(v)$ - функція коефіцієнта Пуасона.

Якщо $E=200-300$ ГПа, $\gamma_{\text{ЕФ}}=1-2$ Дж/м², $\bar{C} = \bar{L} < 100$ нм, то $\sigma_B \geq 1$ ГПа.

Дослідження твердості полікристалів КНБ [27], отриманих спіканням при високому тиску порошків КНБ (середній розмір зерен в порошках варіювали від десятків мікрометрів до субмікронних), показали, що залежність Холла-Петча виконується приблизно до середнього розміру зерен 5–7 мкм. При дальшому зниженні розміру зерен залежність ставала нелінійною і оберненою, тобто, найменшу твердість отримували при спіканні субмікронних порошків КНБ.

Такий результат пояснювали впливом домішок, адсорбованих поверхнею порошків, роль яких зростає при зростанні величини питомої поверхні. Результат не виключає прогнози отримання з порошків КНБ субмікро- і нанодіапазонів полікристалів КНБ високої твердості і міцності. Але слід мати на увазі, що можливість екстремальної зміни характеру багатьох елементарних процесів, що відбуваються в полікристалі з наближенням його структури до НКМ, може бути основною причиною того, що таким структурам не властиві залежності типу (1) і (2).

Всі методи отримання НКМ можна умовно класифікувати на групи. До першої належать високоенергетичні методи синтезу з атомів із залученням технологій випаровування–конденсації при використанні плазмового збудження (plasma-arc), лазерного випромінювання (laser ablation), вольтової дуги (carbon arc) тощо. До другої відносять механо-хімічні методи (ball-milling), при яких механічний і хімічний вплив на об'ємні матеріали веде до подрібнення їх до нанорозмірних частинок. Так можна отримувати композити при спільному помолі взаємнонерозчинних компонентів з використанням планетарних млинів, або нанорозмірні включення при розпаді твердих розчинів під впливом механічних напруг. Є також широка група хімічних методів, серед них така, що ґрунтується на використанні так званих нанореакторів [28].

Окрема група охоплює методи консолідації наночастинок з утворенням наноструктурованих матеріалів.

На даний час відомі різні методи консолідації наночастинок для отримання наноструктурованих матеріалів з високою щільністю. Серед них і методи з використанням високих тисків.

Одними з перших запропонували використання високих тисків для отримання НКМ в Саарбрюкненському університеті (Німеччина), де було розроблено технологію пресування нанокристалічних матеріалів (металів, оксидів) у вакуумі під тиском до 10 ГПа. Там отримали шари товщиною до десятків мікрометрів з щільністю близькою до 90 % від щільності вихідного масивного матеріалу, з розміром кристалітів порядку 10 нм при відсутності текстури, при цьому міжкристалічна речовина складала близько 50% від загальної маси матеріалу [6].

Вивчення і функціональне застосування НМ виконують в багатьох інститутах і вишах України. В дослідженні і розробках методів консолідації нанопорошків для отримання полікристалічних і композиційних НКМ на даний час є дві провідні організації. В ІПМ НАНУ спіканням нанопорошків з контролюємою швидкістю ущільнення (RCS) отримані наноструктуровані матеріали з пористістю 2–4% [23]. В ІНМ НАНУ спіканням при високому тиску з нанодисперсного алмазного порошку були отримані монофазні полікристали з щільністю 2,89 г/см³ [29], [30], а використання добавок нанодисперсних алмазів при отриманні композиту алмаз–карбід кремнію дозволило на 30% підвищити міцність такого композиту [31].

В [7] повідомили про спікання нанокомпозитів в системах деяких тугоплавких сполук (TiN-AlN , TiN-TiB_2 та інші) з використанням методів електророзрядного спікання, спікання з контрольованою швидкістю ущільнення (RDS) та спікання під високим тиском. Звернено увагу, що структура границь зерен при спіканні під високим тиском менш досконала, ніж при спіканні методом RDS, а саме досконала структура границь зерен є умовою формуванню високих фізико-механічних характеристик. Зроблено висновок, що спікання під високим тиском дозволяє отримувати матеріали з щільністю, близькою до теоретичної, і

нанорозмірним зерном, але структура границь зерен, яка при цьому сформувалася, не забезпечила отримання високих фізико-механічних властивостей.

В [32] наведено результати дослідження деформаційних наноструктур в ОЦК-металах. Показано, що для тріщини, яка йде в площині, перпендикулярній площині деформації, енергія руйнування багатократно підвищується, і навпаки, енергія руйнування знижується для тріщини, що йде в площині деформації, тому матеріал має схильність к руйнуванню по типу розшарування.

Особливості механізму деформації НКМ згідно [33] – це її реалізація по границях зерен в зв'язку з відсутністю дислокацій в зернах. А границі зерен в НКМ знаходяться в специфічному стані нерівноваги, атоми в границях мають знижену температуру Дебая і підвищену енергію. Це веде до зниження модуля пружності НКМ на 10-15%. З погляду [33] межа плинності (σ_s) НКМ може в 5-6 разів перевищувати межу плинності крупнокристалічного матеріалу, а границя між матеріалом, де виконується закон Холла-Петча, і НКМ, де спостерігається протилежне, відповідає розміру зерна 30-40 нм.

В [34] пропонують концепцію підвищення щільності границь зерен в НКМ за рахунок введення домішок, які сегрегують на границі зерен і підвищують міжзеренну когезію, тим самим зміцнюють НКМ. З врахуванням долі границь в об'ємі НКМ концентрація таких домішок може бути близькою до концентрації основного матеріалу. Можна припустити, що при належному виборі добавок в шихту з нанопорошком при спіканні в умовах високого тиску отриманий наноструктурований композит буде мати підвищені фізико-механічні характеристики в порівнянні з характеристиками монофазного наноструктурованого полікристалу.

Необхідність використання високого тиску стає очевидною, якщо мова йде про системи, в яких присутні фази високого тиску. Такі дослідження в області наноструктури і нанотехнології матеріалів алмазу і кубічного нітриду бору виконуються в останні роки у ІНМ НАНУ [1]. Спіканням нанодисперсних алмазних порошків під тиском 8 ГПа отримали монофазні полікристали з щільністю $2,89 \text{ г/см}^3$, твердістю $\text{HV}(4,9) = 34 \text{ ГПа}$, тріщиностійкістю $7,5 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$. В таких

полікристалах під впливом високого тиску формувалися наноструктурні елементи розміром 10–50 нм [8], [9].

Серед напрямків отримання нанопорошків є такі, що використовують механічний, хімічний і їм подібні впливи на об'ємні матеріали, внаслідок яких відбувається подрібнення до нанорозмірних частинок. В ІНМ НАНУ вперше розроблено спосіб отримання нанорозмірних порошків кубічного нітриду бору (>99% $c\text{BN}$) методом гідравлічної класифікації на центрифугах мікропорошків КНБ статичного синтезу. питома поверхня порошку складає $\sim 100 \text{ м}^2/\text{см}^3$ ($\sim 30 \text{ м}^2/\text{г}$). Середній розмір частинок такого нанопорошку – 60 нм. Висока когезійна активність вела до утворення конгломератів мікронного розміру [10]. Стан кристалічної ґратки $c\text{BN}$ в нанопорошку ініціює фазове перетворення $c\text{BN} \rightarrow h\text{BN}$ під впливом високого тиску без термічної активації, що є наслідком зміни термодинамічних властивостей в наносистемах [11]. Інтенсивність фазового перетворення $c\text{BN} \rightarrow h\text{BN}$ в порошках КНБ різної дисперсності при підвищенні температури свідчить, що порошки нанодіапазону потребують меншої термічної активації.

У вихідному нанорозмірному порошку окремі частинки були фрагментовані. При холодному пресуванні нанопорошків $c\text{BN}$ спостерігали досить інтенсивну генерацію дислокацій (зменшення ОКР), при спіканні в умовах НРНТ – схильність до відпаду дефектів (зростання ОКР). В порівнянні з мікронними порошками $c\text{BN}$ в нанопорошку такі дислокаційні механізми потребують меншої термічної активації.

Загальною особливістю наноструктурованих матеріалів є їх невисока (в порівнянні з монокристалами) густина [6], [9], що пов'язано з атомною будовою границь кристалітів. Густина монофазних полікристалів з нанопорошків $c\text{BN}$ досягала 0,93–0,94, твердість (HV10) – 19,5 ГПа [1].

Дослідження показують, що ті уявлення, які сформувалися внаслідок вивчення консолідації металевих нанопорошків, не можуть бути перенесені на такі об'єкти, як нанопорошок $c\text{BN}$. Якщо в [13] приклади високої твердості разом з високою в'язкістю НКМ пояснюють малим розміром кристалітів і зернограничною

дифузійною повзучістю, то в [12] було показано, що розмір частинок вихідного порошку КНБ 3 мкм є тим критичним значенням, нижче якого твердість отриманих спіканням монофазних полікристалів зменшується, при цьому співвідношення Холла–Петча для діапазону розмірів 1–3 мкм стає оберненим. Невисока твердість монофазних полікристалів cBN , отриманих з нанопорошку, свідчить, що обернений вигляд залежності Холла–Петча поширюється на нанодіапазон.

Перспективнішим може виявитися напрямок використання нанопорошків КНБ для отримання нанокомпозитів КНБ з тугоплавкими сполуками. Основною проблемою тут є отримання гомогенних структури і фазового складу нанокомпозитів. При створенні нанокомпозитів інструментального призначення вимоги гомогенності структури і фазового складу визначаються умовами використання таких композитів, їх конкретним призначенням.

1.2 Інструментальні матеріали PCBN на світовому ринку

Полікристалічні матеріали кубічного нітриду бору (PCBN) – це широкий клас композиційних матеріалів, які майже виключно використовують як інструментальні для лезової обробки. Їх об'єднує досить високий вміст основної фази – надтвердого матеріалу cBN , використання в якості зв'язуючих фаз таких матеріалів, які досить часто входять в склад інших інструментальних матеріалів (тугоплавкі карбіди, нітриди, деякі метали). Всі інструментальні матеріали PCBN отримують в технологічних процесах за допомогою техніки високих тисків і температур (НРНТ). Кінцевим продуктом таких технологій разом з технологіями механічної обробки є ріжучі пластини згідно міжнародним стандартам ISO.

Міжнародний стандарт специфікації і застосування твердих інструментальних матеріалів ISO513:2012 класифікує операції різання (metal-cutting) або видалення стружки (chip removal). Стандарт був прийнятий всіма головними постачальниками інструменту з 2012 року (дата останньої редакції). По типу матеріалів заготовки, що оброблюється різанням, в стандарті ISO513 виділено шість основних груп (рис. 1.1).

Кожна група має код (літеру) і розділена на підгрупи (числа). Число позначає важкість, складність операції, відповідно – вимоги до інструментального матеріалу. Число "01" – переважна вимога високої зносостійкості, "50" – переважна вимога високої в'язкості руйнування, міцності. Між ними – альтернативні варіанти.

Група "P" охоплює такі матеріали заготовки, як нелеговані і високолеговані сталі, чавуни і корка ковкого чавуна:

- "M" – феритні, мартенситні і аустенітні нержавіючі сталі, мартенситні сталі і високолегований чавун;
- "K" – чавуни: ковкий, відбілений, сірий, кульовий;
- "N" – кольорові метали;
- "S" – суперсплави на основі нікелю і суперсплави на основі титану;
- "H" – тверді матеріали, в тому числі сталі, отримані методами порошкової металургії.

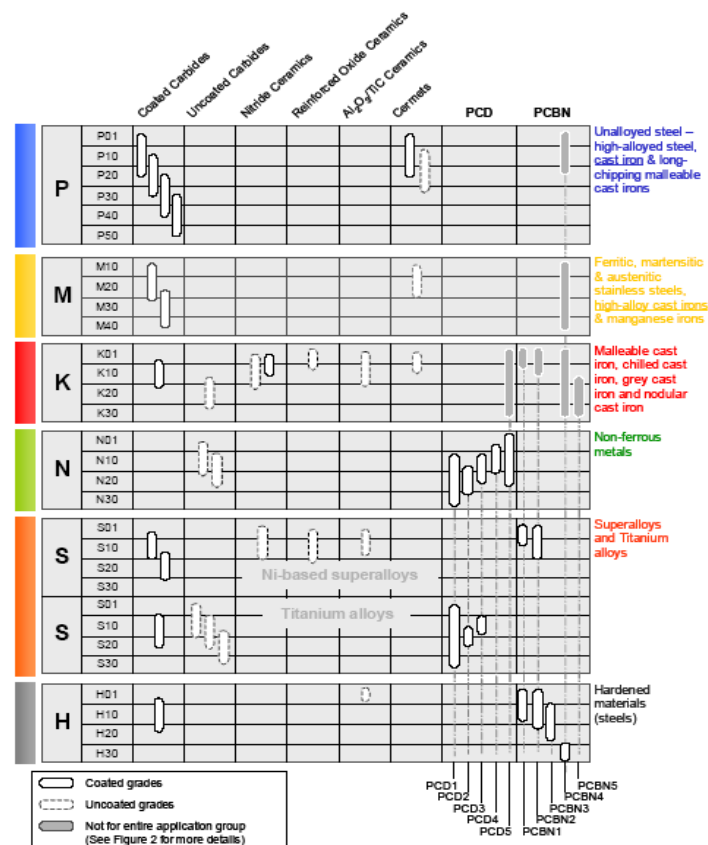


Рисунок 1.1 – Области призначення (згідно ISO513:2012) твердих і надтвердих матеріалів для лезового інструменту [4]

Область застосування PCBN по класифікації ISO513 охоплює 4,5 групи. Вона значно ширша, ніж область застосування алмазних полікристалічних матеріалів PCD, і її можна порівняти тільки з областю для найбільш універсального твердосплавного інструменту, що охоплює всі шість груп. Але по діапазону вимог твердосплавний інструмент витримує конкуренцію з PCBN тільки в групі *P*, і то на окремих операціях (*P30–P50*), де переважною вимогою є висока в'язкість руйнування. Інші інструментальні матеріали, такі як нітридна кераміка, зміцнені оксидні кераміки, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--TiC}$, мають обмежене застосування, виключно для операцій "01–10".

На рисунку 1.1 умовно позначені марки матеріалів PCBN і PCD відповідають маркам інших фірм, наприклад, Element Six:

- PCBN1 – DBC50;
- PCBN2 – DCC500;
- PCBN3 – DCN450;
- PCBN4 – DBW85;
- PCBN5 – AMB90;
- PCD1 – CMX850;
- PCD2 – CTC002;
- PCD3 – CTB010;
- PCD4 – CBT025;
- PCD5 – CTM302.

Між класифікацією ISO513 і основними характеристиками складу і структури PCBN існує кореляція. На рисунку 1.2 показані основні тенденції в такій кореляції.

Інструмент з матеріалу, що містить не більше 50% *cBN*, використовують, наприклад, на операціях точіння порошкових сталей (*H01–H30*), суперсплавів нікелю (*S01–S10*). В таких матеріалах розмір зерен *cBN* – від субмікронного до 2–3 мкм, а зв'язка – кераміка на базі сполук титану. При вмісті до 75% *cBN* інструмент ріже загартовані сталі, розмір зерен *cBN* ~ 5 мкм і зв'язка на базі сполук титану. При вмісті ~ 90% *cBN* інструмент оброблює загартовані сталі, сірий чавун,

ніхард, а також порошкові інструментальні сталі. Розмір зерен cBN змінюється в межах 7–12 мкм, а в складі зв'язки таких матеріалів – кераміка на основі алюмінію і (або) титану і (або) кераміка іншого типу. Слід звернути увагу, що матеріали PCBN, які працюють в умовах невисоких навантажень і мають високий опір зносу (S01–S10, H01–H20), як правило, не містять алюмінієву кераміку, а тільки титанову, і зерно cBN має розміри від 2–3 мкм до субмікронного.

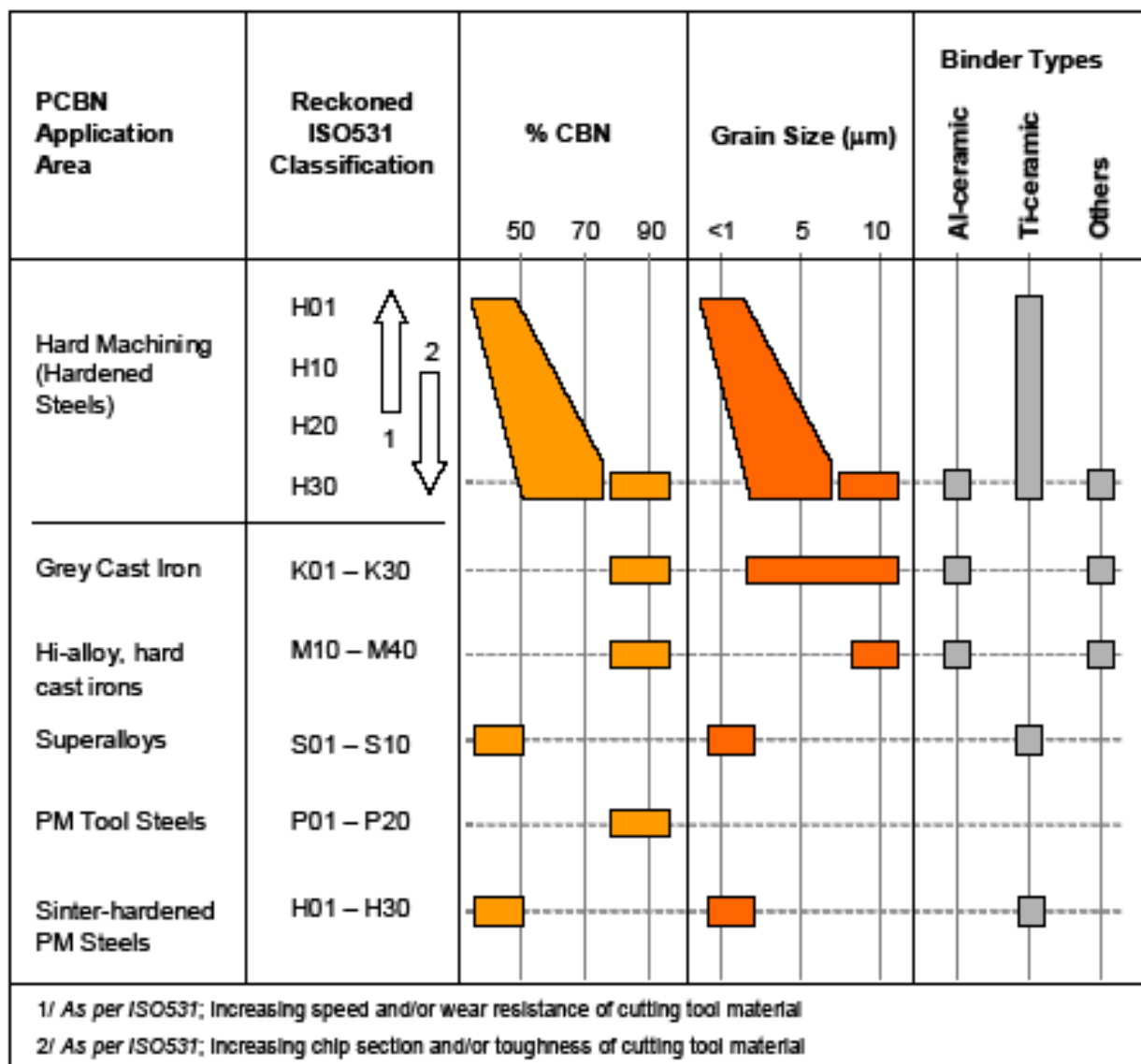


Рисунок 1.2 – Розмір зерен cBN і склад матеріалів PCBN відповідно їх призначенню за ISO513 [14]

На рисунку 1.2 напрямки 1 показує зростання швидкості різання і/або опору зносу матеріалів ріжучого інструменту; напрямки 2 показує зростання зйому стружки і/або в'язкості руйнування матеріалів ріжучого інструменту [14].

Структурні характеристики PCBN згідно рекламних проспектів деяких фірм показано в таблицях 1.1 – 1.3 [15], [16], [17].

Привертає увагу, що розмір зерен cBN матеріалів фірми Sumitomo Electric не прив'язаний до вмісту cBN і при цьому майже не впливає на твердість PCBN.

Таблиця 1.1 – Характеристики продукції фірми Element six [15]

Характеристика	AMB90	DBA80	DBC50	DCN450
Кількість cBN, %	90	80	50	45
Інші фази	Сполуки Al	Сполуки Ti і Al	TiC	TiN
Розмір зерен cBN, мкм	8	6	2	≤1
Тип PCBN (рис.1.1)	PCBN5	–	PCBN1	PCBN3

Таблиця 1.2 – Характеристики продукції фірми Megadiamond [16]

Характеристика	N90	N50	NT5
Кількість cBN, %	90	60	50
Інші фази	Метал	Кермет	Кераміка
Розмір зерен cBN, мкм	3	2,5	1,5
Твердість HV, ГПа	29	27	26
Тип PCBN	PCBN5	–	PCBN1

Таблиця 1.3 – Характеристики PCBN продукції фірми Sumitomo Electric [17]

Група ISO513	Марка	cBN, об.%	Розмір cBN мкм	Інші фази	HV, ГПа
<i>K</i>	BX930	60	3,0	TiC–Al	30–32
	BX950	85	3,0	WC–Co–Al	39–41
	BX850	70	3,0	TiN–WC–Al	33–35
<i>S</i>	BX950	85	3,0	WC–Co–Al	39–41
	BX450	65	0,5	TiN–Al	31–33
<i>H</i>	BX310	45	5,0	TiCN–Al	27–29
	BX330	55	0,5	TiN–Al	28–30
	BX360	65	3,0	TiN–Al	32–34
	BX380	75	5,0	TiN–Al	33–35

В таблиці 1.4 показані характеристики PCBN, які розроблені в ІНМ НАН України (марки киборит-1, -2, -3). Киборит отримують реакційним спіканням cBN з алюмінієм в умовах НРНТ [18].

Киборит-1 і киборит-2 за областями їх застосування згідно ISO513 є досить універсальними PCBN. Киборит-3 був розроблений як конструкційний матеріал спеціального призначення – для елементів конструкцій апаратів високого тиску. Досвід вивчення його зносостійкості як інструментального матеріалу на цей час відносно невеликий. Фазовий склад кибориту-3 доцільно покласти в основу для розробки композитів PCBN з використанням нанопорошків cBN. Підставою для цього, по-перше, є його відповідність фазовому складу матеріалів PCBN1, що задовольняють вимозі високої зносостійкості при невисоких навантаженнях. По-друге, основні фізико-механічні властивості кибориту-3 близькі до таких властивостей інструментальних матеріалів киборит-1 і киборит-2.

Таблиця 1.4 – Характеристики кибориту

Характеристики	Киборит-1	Киборит-2	Киборит-3
Вміст cBN , %	96–97	80–84	70–75
Розмір зерен cBN	10	30	30
Інші фази	$AlN-AlB_{12}$	$AlN-AlB_2$	$AlN-AlB_2-TiC$
Твердість HKN10, ГПа	34 ± 2	29 ± 1	27 ± 2
Тип PCBN	PCBN5	PCBN4	PCBN1
Призначення (ISO513)	P, K, S, H	P, M, K	–

Операції лезової обробки ставлять вимоги не тільки до фізико-механічних властивостей інструментального матеріалу, але і до геометрії заточки леза (edge hone). На фінішних операціях вважається доцільним зменшення кутів скосу фаски. Це веде до мінімізації сил і температур в зоні різання, мінімізації зносу інструменту і виконання розмірних припусків. Безпосередньо з геометрією інструменту пов'язана роль хона (розміру зерна композиту) на лезі. Його розмір на операціях чорнового точіння становить найбільш часто 10–20 мкм. На фінішних операціях – від 2–3 мкм до субмікронних [14].

1.3 Висновки та постановка завдання дослідження

Аналіз стану проблем показав, що немає інформації про використання нанопорошків cBN для спікання монофазних полікристалів, або композитів PCBN. Вимоги до інструменту PCBN на фінішних операціях металообробки реалізуються через геометрію інструменту і характеристики матеріалу. Приклади продукції PCBN відомих фірм показують використання вихідних порошків cBN з середнім розміром частинок ≤ 1 мкм, або 0,5 мкм.

Результати досліджень нанорозмірного порошку cBN , отриманого з продукту статичного синтезу cBN , показали, що йому властива висока когезійна активність, менша термічна активація фазового перетворення $cBN \rightarrow hBN$ і дислокаційних перетворень структури. При спіканні нанопорошку в умовах НРНТ

монофазні полікристали cBN досягали максимальних густини 0,94 і твердості $HV10=19,5$ ГПа.

Розраховуючи на зниження енергії активації фазових і дислокаційних перетворень, можна очікувати зниження температури реакційного спікання, зростання густини і твердості композитів.

Враховуючи, що при спіканні монофазних полікристалів з нанопорошків cBN границі зерен не створюють деформаційно зміцнену структуру неперервної фази (каркасу cBN), є доцільним створення такого каркасу з порошків більш крупних частинок (до 1 мкм), який складатиме основну фракцію. Нанорозмірний порошок, завдяки силам когезії, розподіляється на поверхні крупних частинок. При реакційному спіканні з алюмінієм частина нанопорошку візьме участь в реакціях, тоді як інша в ролі дисперсної фази увійде до складу зв'язки на основі тугоплавких сполук алюмінію.

Основні завдання дослідження:

1. Вибір оптимального співвідношення фракцій субмікронного і нанорозмірного діапазонів зернистості порошків cBN для отримання композитів типу киборит.
2. Вивчення фазового перетворення $cBN \rightarrow hBN$ і еволюції реальної структури cBN під впливом нрнт при спіканні монофазних полікристалів і композитів системи $cBN-Al$ з суміші нанорозмірних і субмікронних порошків cBN .
3. Дослідження густини і твердості композитів для вибору оптимальних P, T -параметрів спікання.
4. Рекомендації по створенню PCBN для фінішних операцій металообробки.

2 МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ

2.1 Характеристики вихідних матеріалів

Вихідними матеріалами були суміші порошків *c*BN з різним вмістом фракцій нанодіапазону і субмікродіапазону. Вони були отримані методом гідравлічної класифікації на центрифугах продукту статичного синтезу *c*BN, з видаленням всіх фракцій розміром більше 1 мкм і очисткою від домішок графітоподібної модифікації *h*BN (рис. 2.1).


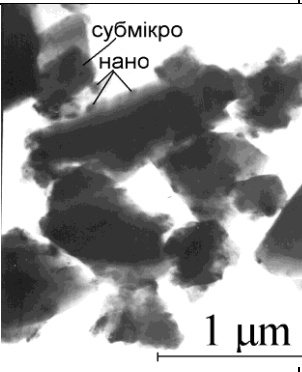
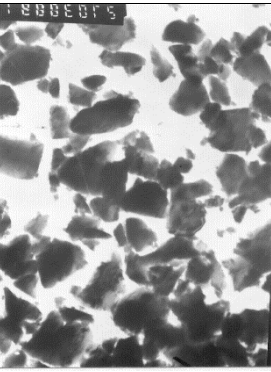
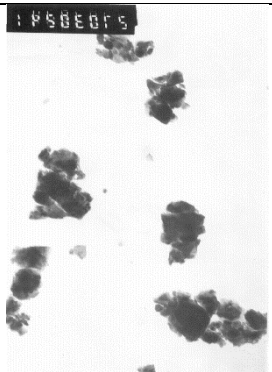
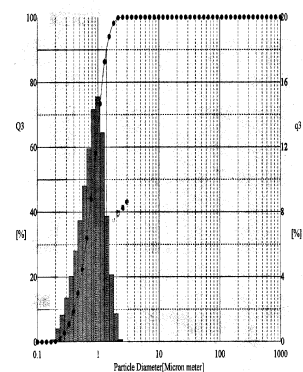
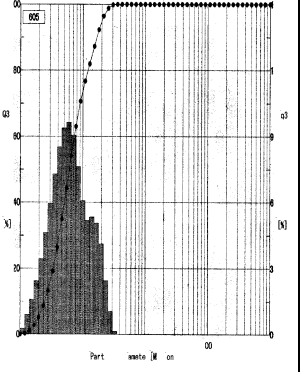
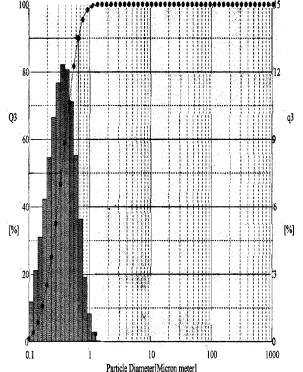
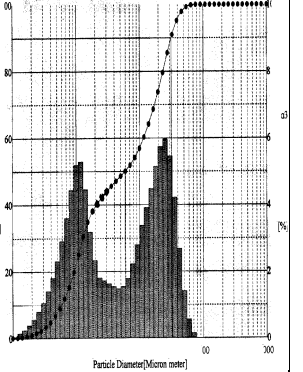
≤5% нано- <i>c</i> BN	15% нано- <i>c</i> BN	30% нано- <i>c</i> BN	>95% нано- <i>c</i> BN
			
x27000	x54000	x27000	x27000
			
а	б	в	г
$\sigma_{\text{БЕТ}}=12,5\text{м}^2/\text{см}^3$	$\sigma_{\text{БЕТ}}=30\text{м}^2/\text{см}^3$	$\sigma_{\text{БЕТ}}=45\text{м}^2/\text{см}^3$	$\sigma_{\text{БЕТ}}=100\text{м}^2/\text{см}^3$
$D_{\text{med}}=500\text{ нм}$	$D_{\text{med}}=200\text{ нм}$	$D_{\text{med}}=130\text{ нм}$	$D_{\text{med}}=60\text{ нм}$
$\text{ОКР}=(28\pm2)\text{ нм}$	$\text{ОКР}=(19\pm1)\text{ нм}$	$\text{ОКР}=(18\pm1)\text{ нм}$	$\text{ОКР}=(11\pm0,6)\text{ нм}$

Рисунок 2.1 – Зображення в електронному мікроскопі порошків *c*BN [27]

На рисунку 2.1, зокрема, наведено зображення порошків cBN з різним вмістом фракцій нанодіапазону, загальний вигляд кривих гранулометричного аналізу (SESHIN LMS-30), питома поверхня (БЕТ), середній розмір частинок D_{med} в суміші (електронна мікроскопія, гранулометрія і БЕТ), розмір ОКР (XRD–аналіз).

На рисунку 2.1г – нанопорошок cBN за визначенням ($>95\%$ об'єму порошку складають частинки розміром ≤ 100 нм). Екстремально високі сили когезії визначають особливу поведінку – утворення щільних конгломератів. В суміші частинок мікронного і субмікронного розміру наночастинки розподіляються по поверхні більш крупних і схильність до утворення конгломератів стає меншою.

В таблиці 2.1 наведено середній і максимальний розмір частинок та питому поверхню порошків, які використовували для дослідження консолідації в системах $cBN-Al$ і $cBN-Al-TiC/TiN$. Тут і далі позначення дисперсності алюмінію і тугоплавких сполук – подібні стандартам для надтвердих матеріалів. Умови реакційного спікання КНБ з Al (просочення розплавом) пояснюють доцільність вибору крупного порошку, де менший вміст оксидів (АП, $98\%Al$). Дисперсність тугоплавких сполук титану наближалася до субмікродіапазону.

Таблиця 2.1 – Дисперсність компонентів шихти для вивчення консолідації порошків КНБ, що містять фракції нанодіапазону

Порошок	cBN	cBN	Al	TiC	TiN
Дисперсність	15% нано	$>95\%$ нано	≤ 80	3/0	2/0,5
D_{med} , мкм	0,20	0,06	28	1,3	1
D_{max} , мкм	1,0	0,10	80	3,0	2
σ , M^2/cm^3	30	100	–	4,5	8

2.2 Технологічне устаткування та методи дослідження

Методична послідовність виконання роботи полягала в наступному:

- приготування шихти для спікання дослідних композитів;
- збирання комірок високого тиску;

в) освоєння АВТ і використання техніки високих тисків і температур для одержання надтвердих композитів cBN ;

г) підготовка на дослідних композитах шліфів і аншліфів шляхом їх шліфування і полірування вільним і зв'язаним абразивом;

д) використання методів вимірювання густини і твердості;

е) використання методів рентгеноструктурного аналізу для виділення окремих фаз із фазового складу композитів;

ж) порівняння результатів вимірювань з розрахунками властивостей.

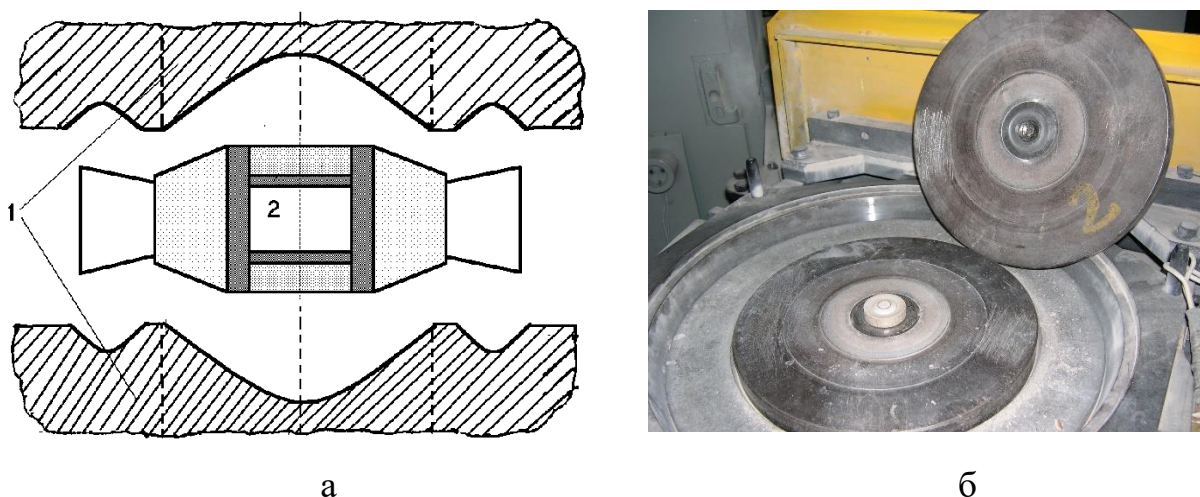
Для досягнення необхідних тисків використовувалися твердосплавні апарати високого тиску. В світі використовуються три принципово різних конструкції АВТ:

а) белт;

б) багатопуансонний апарат (куб, тетраедр);

в) ковадло з заглибленням.

В даній роботі використовувались АВТ типу ковадло з заглибленням. Є багато різновидів даного типу апаратів, які відрізняються формою заглиблення, наявністю крім центрального заглиблення ще допоміжних заглиблень тощо. Використовувався АВТ з допоміжним периферійним заглибленням у вигляді тороїда, в зв'язку з цим назва даного типу апарату – тороїд (рис. 2.2 а, б).



а – апарат високого тиску типу “тороїд”; б – “тороїд” (фото).

1 – вставка блок-матриці АВТ; 2 – комірка високого тиску

Рисунок 2.2 – Загальний вигляд АВТ типу ковадло з заглибленням

Твердосплавні АВТ, спроможні створювати тиск до 8-10 ГПа й експлуатовані в даний час в ІНМ, – це апарати типу тороїд. На сьогоднішній день використовуються АВТ тороїд з діаметром лунки 13,5; 17; 20; 23; 30 і 40 мм, робочий об’єм цих апаратів відповідно 0,1; 0,4; 0,75; 1,0; 3,0; 6,3 см³. У зазначених АВТ, витримуючи умови усестороннього стиснення в робочому об’ємі при спіканні, можна надійно одержувати полікристали cBN (за результатами численних експериментів) циліндричної форми діаметром 4,5; 7,0; 9,0; 10,0; 14,5 і 18,5 мм.

Експлуатація АВТ здійснювалася на пресових установках: АС-1000 конструкції НКМЗ, що розвиває зусилля 10 МН при діаметрі плунжера 400 мм, ДО-043 конструкції Рязанського заводу пресового обладнання, що розвиває зусилля 20 МН при діаметрі плунжера 460 мм, ДАО-044 конструкції Рязанського заводу пресового обладнання, що розвиває зусилля 25 МН при діаметрі плунжера 520 мм. На рисунку 2.2 показано зовнішній вигляд пресової установки ДАО-044. Тиск масла в системі вимірювався зразковим манометром типу МО (клас точності 0,4). Зусилля на блок-матриці АВТ передавалось через опорні плити, через котрі також здійснювався підвід струму.



Рисунок 2.3 - Зовнішній вигляд пресової установки ДАО-044

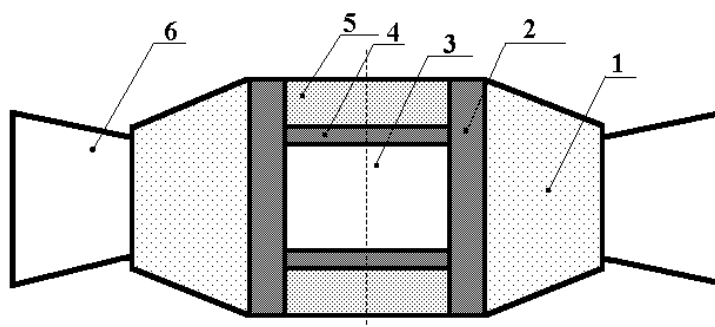
Тиск і температура – фактори, що мають визначальний вплив на формування структури та властивостей полікристалів, тому забезпечення їх точного відтворення надзвичайно важлива методична проблема. Для цього необхідні:

а) стабільний за властивостями АВТ (в процесі експлуатації АВТ відбувається зміна форми лунки та зміна електро- і теплофізичних властивостей матеріалу вставки в зоні контакту з КВТ);

б) конструкція КВТ, яка б забезпечувала якнайбільш точне відтворення p, T -параметрів від досліду до досліду (в тому числі точне виконання розмірів елементів КВТ та властивостей матеріалів елементів КВТ, таких як густина, фазовий та домішковий склад) та прийнятні значення перепадів тиску та температури в робочому об'ємі.

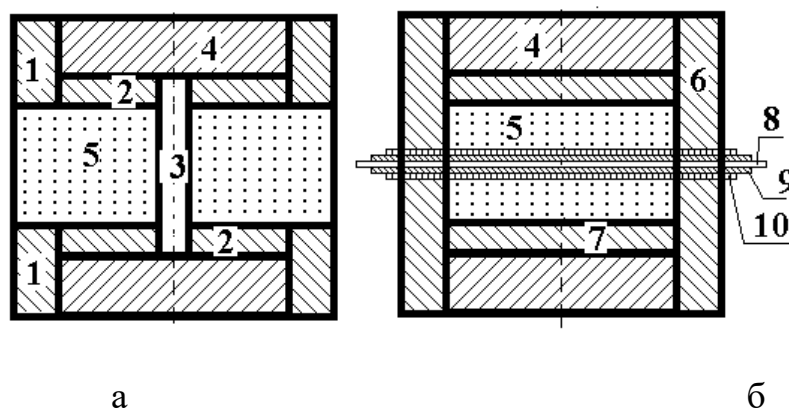
Визначення тиску і температури в комірці високого тиску проводились в спеціальних градуювальних комірках, максимально наближених до робочих КВТ, з допомогою традиційних методик: вимірювання тиску з допомогою датчиків тиску, таких як вісмут, селенід свинцю; температури з використанням термопар – хромель-алюмелієвої, вольфрам-ренієвої, платино-родієвої. На рисунку 2.4 – загальний вигляд комірки високого тиску для спікання полікристалів cBN , на

рисунку 2.5 - вигляд калібрувальних комірок, а на рисунку 2.6 калібрувальні графіки для КВТ тороїд-20. Точність вимірювання тиску і температури в окремому експерименті складала $\pm 0,1$ ГПа і $\pm(10-50$ К).



1 – втулка з точеного літографського каменю; 2 – трубчатий нагрівник з графіту; 3 – шихта на основі КНБ; 4 – роздільний диск з графіту; 5 – теплоізоляційний диск з пірофіліту; 6 – пресоване кільце з літографського каменю

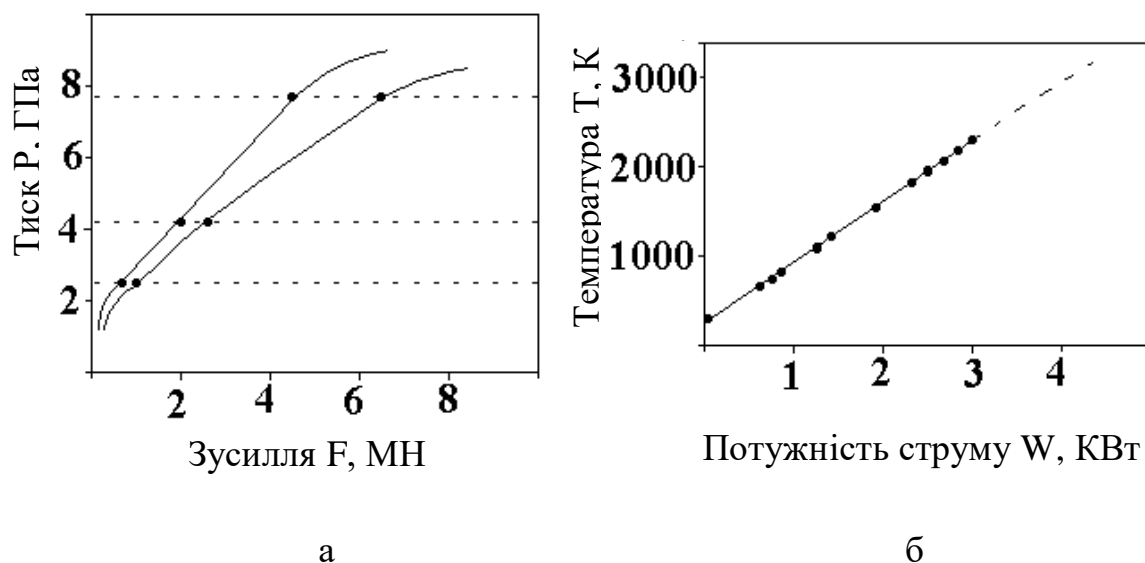
Рисунок 2.4 – Збирання комірки високого тиску для спікання полікристалів cBN в АВТ тороїд-20



а – по тиску; б – по температурі.

1, 2 – графітові секції для підведення струму; 3 – реперний метал; 4 – теплоізолюючий диск; 5 – зразок; 6 – графітовий нагрівник; 7- ізоляційний диск; 8 – термопара; 9 – танталовий чохол; 10 – трубка з оксиду алюмінію

Рисунок 2.5 – Схема спорядження комірок високого тиску для калібрування АВТ для АВТ тороїд-20



а - тиску від зусилля пресу; б - температури від потужності струму нагріву

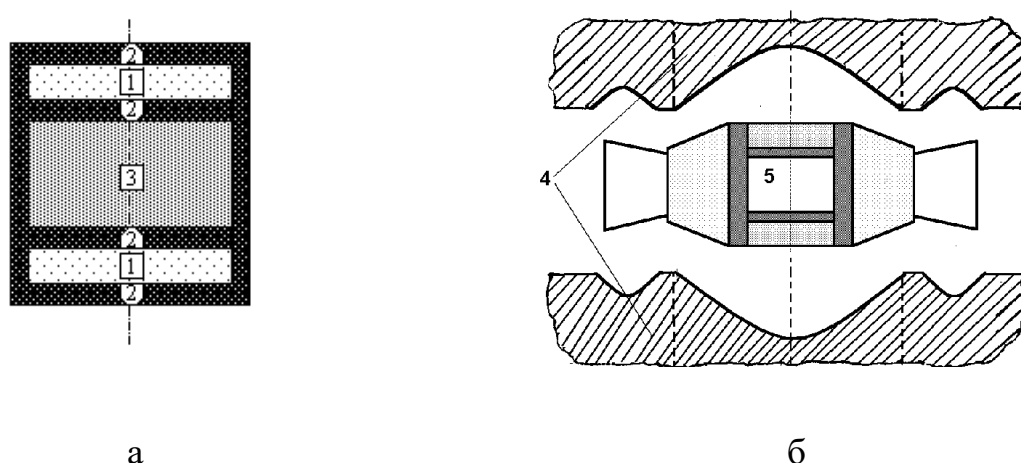
Рисунок 2.6 – Калібрувальні графіки для АВТ тороїд-20

Спінання в умовах НРНТ виконували на пресовому обладнанні зусиллям 10 МН в АВТ типу КЗ (ковадло з заглибленням) – тороїд-20 (рис. 2.2). Такий АВТ забезпечує проведення досліджень в широкому діапазоні p, T -параметрів (до 8 ГПа і до 2700 К). Градування робочого об'єму по тиску і температурі виконували за допомогою датчиків тиску (реперних матеріалів) і термопар. За результатами градування контролювали тиск і температуру при спіканні [19].

Після спікання і вилучення з КВТ зразки піддавали механічній обробці алмазним інструментом (плоскопаралельному шліфуванню і круглінню) для очистки поверхні від графіту і надання правильної форми. Після механічної обробки розміри зразків були ~ 8 мм в діаметрі і $\sim 3,2$ мм по висоті.

Для розрахунку густини об'єм зразків правильної форми визначали за геометричними розмірами, неправильної (в разі руйнування при механічній обробці) – методом гідростатичного зважування. Відносна похибка розрахунку густини відповідно складала 0,1 і 0,5%.

Твердість вимірювали на приладі ПМТ-3 інденторами Кнупа і Вікерса при навантаженні на індентор 9,8 Н. Більша діагональ відбитка індентора Кнупа при твердості ~ 30 ГПа складає ~ 70 мкм, діагональ відбитка індентора Вікерса ~ 30 мкм. При дисперсності складових шихти, близької до субмікродіапазону, статистична похибка вимірювань твердості в кожному зразку в певній мірі є критерієм гомогенності розподілу в структурі полікристалу фаз різної твердості.



а – робочий об'єм; б – апарат високого тиску.

1 – пірофіліт; 2 – графіт (нагрівник і диски); 3 – шихта;

4 – вставка блок-матриці АВТ (твердий сплав); 5 – КВТ

Рисунок 2.2 – Схема спорядження робочого об'єму в апараті високого тиску для спікання порошків cBN

XRD-спектри від порошків і полікристалів отримували і обраховували за допомогою автоматизованої системи, що поєднує апарат ДРОН-3 і персональний комп'ютер з пакетом прикладних програм. Метод "спектра-залишка" дозволяє коректно виділяти спектр окремої фази в багатофазному матеріалі для визначення параметрів реальної структури в межах основних задач структурного матеріалознавства. Для аналізу реальної структури cBN створено базу даних, яка містить XRD-спектр еталону – монокристалльного порошку Боразон-500 [20].

Методи електронної мікроскопії на просвіт використовували для дослідження форми і розмірів частинок в сумішах субмікро– і нанопорошків, електронної мікрофрактографії – для дослідження структури в зломі полікристалів.

Абразивний знос дослідних зразків визначали за методикою, близькою до описаної в [35] для контролю абразивної здатності алмазних мікропорошків. Установкою для шліфування був плоскошліфувальний станок з планшайбою з чавуну діаметром 320 мм. Планшайба оберталася з частотою 80 об/хв. По поверхні планшайби зворотно-поступально переміщалося касета зі зразками (60 дв. хід/хв). Шліфуванню одночасно піддавалися 6 зразків, поміщених у касету, що притискала до планшайби вантажем масою 8 кг. Висота дослідних зразків визначався до і після випробування. Одне випробування тривало 20 хвилин. Під час випробування на планшайбу рівномірно подавалася абразивна суспензія, у складі якої був алмазний порошок марки АСМ зернистістю 40/28. За одне випробування витрачалося 12 карат алмазного порошку. Абразивний знос композита визначали за формулою $\Delta h = h_1 - h_2$, де h_1 , h_2 – висота досліджуваних зразків до і після випробування. Інструментальна похибка вимірювання абразивного зносу визначалася точністю вимірювання зміни висоти експериментальних зразків і складала 0,01 мм. Статистичну похибку (довірчий інтервал) визначали для довірчої ймовірності 95 %.

3 РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕНЬ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ

3.1 Ущільнення порошків і еволюція реальної структури cBN під високим тиском без термічної активації

Спікання порошків в апаратах високого тиску починається зі стадії холодного пресування – заданого підйому тиску в робочому об'ємі АВТ при кімнатній температурі (300 К), після чого – нагрів до заданої температури спікання і задана тривалість спікання. Взагалі консолідація частинок починається на стадії холодного пресування, а густина пресовок залежить не тільки від тиску, а і від реологічних властивостей порошків, і значимо впливає на подальший процес активованого температурою спікання.

Особливістю всіх відомих апаратів високого тиску з твердим середовищем, що передає тиск, є створення в робочому об'ємі АВТ квазіізостатичних умов пресування. Ступінь ізостатичності ε (відношення бокового тиску до осьового) в загальному випадку задовольняє співвідношенню $0 \leq \varepsilon \leq 1$, де граничні значення відповідають умовам гідростатичного ($\varepsilon=1$) і осьового ($\varepsilon=0$) стиснення.

Величина ε залежить від конструкції АВТ і реологічних властивостей дисперсного середовища, що передає тиск, і є функцією відносної густини. Її можна визначати за результатами ущільнення в різних напрямках. Результат буде тим точніший, чим ближче форма заготовки до кулі. В наших експериментах з циліндричними зразками умовою була співрозмірність діаметру (d) і висоти (h). Розрахунок проводили за формулою (1.3), де індекси 1 і 2 – відповідно вихідні розміри робочого об'єму АВТ і розміри зразка, вилученого з КВТ після пресування, або спікання [36]:

$$\varepsilon = \frac{1 - \frac{d_1}{d_2}}{1 - \frac{h_1}{h_2}} . \quad (1.3)$$

Попередні дослідження [36] показали, що при холодному пресуванні в АВТ порошків cBN розміром від 2 до 50 мкм умови в робочому об'ємі були близькі до осьової схеми ущільнення ($\varepsilon \approx 0,1$), а при подальшому спіканні в умовах НРНТ ε зростав зі зростанням щільності дисперсної системи, і тим більше, чим більшим був розмір окремих частинок в вихідному порошку.

Коефіцієнти ізостатичності в робочому об'ємі АВТ при холодному пресуванні порошків cBN , що містять фракції нанодіапазону, визначали по ущільненню в інтервалах тиску від атмосферного до 2,5; 4,2 і 7,7 ГПа. Вихідна геометрія робочого об'єму АВТ (див. рис. 2.2): $d_I=1,0$ см, $h_I=1,2$ см. Після пресування форма зразку в певній мірі відхилялася від циліндричної, в зв'язку з чим інструментальна похибка виміру середніх значень d_2 і h_2 зростала від $\pm 5 \cdot 10^{-3}$ см до $\pm 1 \cdot 10^{-2}$ см, звідси систематична похибка визначення ε змінювалася в межах 0,03–0,05.

Слід відзначити, що крім реологічних властивостей середовища, на ізостатичність умов в робочому об'ємі АВТ можуть впливати деякі відхилення форми блок–матриць (елементів конструкції АВТ, див. рис.2.2б), яких не можна уникнути в процесі виготовлення і експлуатації АВТ. Тому експерименти по холодному пресуванню порошків cBN – сумішей з нанопорошком (див. рис. 2.1), а для порівняння і мікропорошків, виконували на одній парі блок–матриць. Середні результати для кожної дисперсності отримані на 3 – 5 зразках (табл. 3.1).

Таблиця 3.1 – Густина компактів при консолідації під високим тиском без термічної активації ($T=300$ К) порошків cBN різної дисперсності, і коефіцієнти ізостатичності в робочому об'ємі АВТ (в інтервалі тисків)

Вміст (об.%) нанопорошків	>95	30	15	≤ 5	0
ρ , г/см ³ (2,5 ГПа)	1,4 \pm 0,1	1,4 \pm 0,1	1,94 \pm 0,05	2,03 \pm 0,04	2,06 \pm 0,03
ρ/ρ_0 , (2,5 ГПа)	0,40	0,40	0,56	0,58	0,59
ε ($10^{-4} \rightarrow 2,5$ ГПа)	0,22	0,20	0,12	0,12	0,12
ρ , г/см ³ (4,2 ГПа)	1,5 \pm 0,1	1,6 \pm 0,1	2,12 \pm 0,05	2,20 \pm 0,02	2,26 \pm 0,01
ρ/ρ_0 , (4,2 ГПа)	0,43	0,46	0,61	0,63	0,648
ε ($10^{-4} \rightarrow 4,2$ ГПа)	0,25	0,20	0,12	0,13	0,15
ρ , г/см ³ (7,7 ГПа)	2,01 \pm 0,01	2,01 \pm 0,01	2,38 \pm 0,01	2,45 \pm 0,01	2,53 \pm 0,01
ρ/ρ_0 , (7,7 ГПа)	0,58	0,58	0,682	0,702	0,725
ε ($10^{-4} \rightarrow 7,7$ ГПа)	0,12	0,12	0,15	0,15	0,15

У зв'язку з відсутністю даних про пікнометричну густину нанопорошків cBN і їх сумішей з субмікропорошками тут і далі для розрахунку відносної густини ρ/ρ_0 брали значення густини монокристалу cBN $\rho_{0cBN}=3,49$ г/см³, з поправкою на пікнометричну густину hBN $\rho_{0hBN}=2,26$ г/см³ [38]. Вміст hBN – в таблиці 3.2.

Характеристики ущільнення під впливом високого тиску порошків cBN з вмістом 5–15% нанопорошків наближають їх до мікропорошків, тоді як 30% нанопорошків в суміші наближає її до нанорозмірного порошку.

В таблиці 3.2 показано результати дослідження XRD–спектрів від вихідних порошків і зразків після пресування в АВТ. Вміст hBN визначався з інструментальною похибкою $\pm 0,25\%$ [36]. Для параметрів реальної структури в дужках – інструментальна похибка в останній значущій цифрі.

Таблиця 3.2 – Характеристики реальної структури *c*BN і вміст *h*BN в порошках різної дисперсності до і після пресування в АВТ при 300 К

Характеристики	Тиск, ГПа	Вміст фракцій нанодіапазону в порошках <i>c</i> BN, %			
		>95	30	15	≤5
Період ґратки, нм	10^{-4}	0,36164(1)	0,36160(2)	0,36145(2)	0,36148(1)
ОКР, нм		11(0,6)	18(1)	19(1)	28(2)
$\Delta d/d$, 10^{-3}		0,1(1)	0,2(1)	0,64(7)	0,49(3)
<i>h</i> BN, мас.%		0	0	0	0
Період ґратки, нм	2,5	0,36150(4)	0,36150(2)	0,34141(2)	0,36148(2)
ОКР, нм		11(0,6)	19(1)	20(1)	26(1)
$\Delta d/d$, 10^{-3}		0,4(3)	0,2(1)	0,43(2)	0,36(3)
<i>h</i> BN, мас.%		0,25	0,25	0	0
Період ґратки, нм	4,2	0,36158(1)	0,36151(2)	0,36142(2)	0,36151(1)
ОКР, нм		10(1)	16(1)	25(1)	21,6(8)
$\Delta d/d$, 10^{-3}		0,65(5)	0,2(1)	0,60(5)	0,45(4)
<i>h</i> BN, мас.%		0,5	0,5	1	0
Період ґратки, нм	7,7	0,36160(1)	0,36152(2)	0,36146(1)	0,36149(1)
ОКР, нм		7,0(3)	12(1)	16(1)	18,7(5)
$\Delta d/d$, 10^{-3}		1,3(1)	1,0(1)	0,44(5)	0,68(8)
<i>h</i> BN, мас.%		1,5	0,5	1	0

В спектрах XRD від нанопорошків *c*BN співвідношення фізичного уширення ліній 004 і 002 не перевищувало співвідношення секансів кутів відбиття, тому компонента фізичного уширення, відповідальна за розмір ОКР, визначалася з більш високою точністю, ніж компонента, відповідальна за мікростворення.

В нанопорошку і в сумішах, де вміст нанофракцій був 15 і 30%, під впливом тисків 4,2 і 7,7 ГПа без термічної активації відбувався фазовий перехід *c*BN→*h*BN, а максимальний вміст *h*BN 1,5% був ідентифікований в нанопорошках.

В порошкових зразках розмір ОКР є функцією розміру частинок і розміру фрагментів в частинках. Зростання розміру ОКР під впливом тисків є наслідком зменшення вільної поверхні порошку при його ущільненні. Зменшення розміру ОКР в таких умовах свідчить про фрагментацію частинок як механізм пластичної

деформації *c*BN. Фрагментація під впливом тиску 7,7 ГПа спостерігалася у всіх порошках.

Розрахунок щільності дислокацій виконували за моделлю для структур ГЦК, де {111}[110] – основна система ковзання [12]. Вхідними параметрами були розмір ОКР і мікроспотворення ($\Delta d/d$) кристалічної ґратки *c*BN. В таблиці 3.3 наведено розрахунки щільності дислокацій, окремо компоненти ОКР – ρ_D , компоненти мікроспотворень – ρ_Z , та їх середнє геометричне значення – $\rho = (\rho_D \cdot \rho_Z)^{1/2}$.

В нанопорошку *c*BN і суміші, де 30% нанопорошку, при всіх тисках компонента щільності дислокацій ρ_Z не значима, а компонента ρ_D значимо змінюється після тиску 7,7 ГПа, що свідчить про перебудову дислокаційної структури в частинках.

В порошках з вмістом 15% нанофракцій компонента щільності дислокацій ρ_Z значима, але не змінюється в процесі пресування під тиском. Компонента щільності дислокацій ρ_D зростає тільки під тиском 7,7 ГПа. Подібна поведінка є характерною і для порошоків з вмістом 5% нанофракцій, але тут щільність дислокацій зростає повільно при зростанні тиску, що є більш характерним для порошоків мікродіапазону.

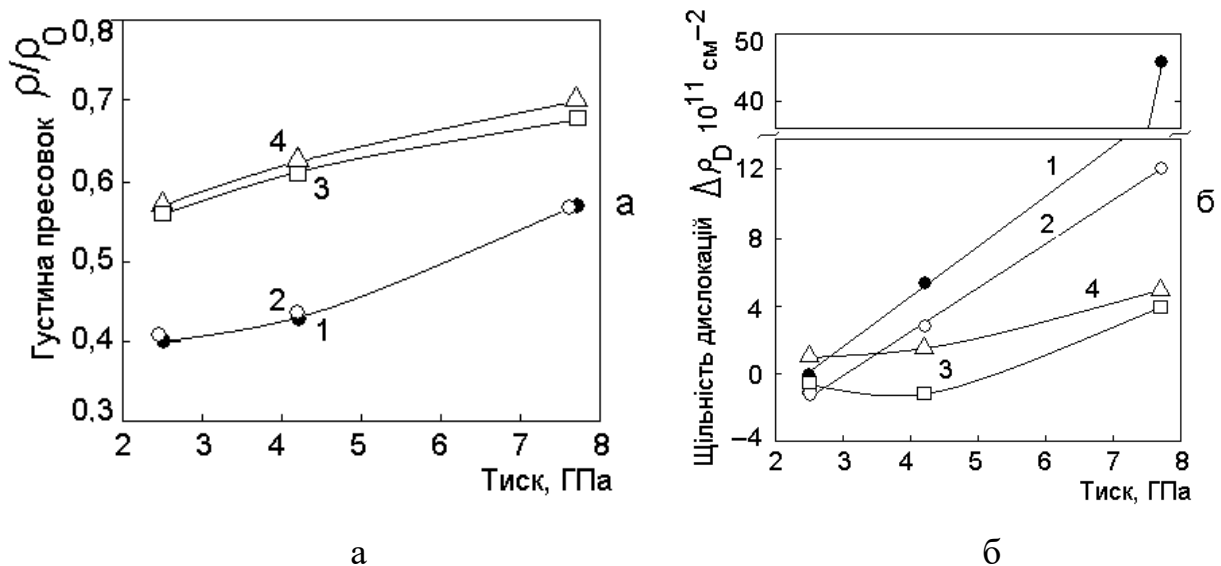
Зміни в щільності дислокацій ($\Delta \rho_D = \rho_{Dp} - \rho_{D0}$) в порівнянні з відносною густиною пресовок (див. табл. 3.1) в залежності від тиску пресування порошоків з різним вмістом нанофракцій показано на рисунку 3.1.

При холодному пресуванні в АВТ ущільнення порошоків з вмістом 5–15% фракцій нанодіапазону більше, а зміни щільності дислокацій менше, ніж в порошках з більш високим вмістом фракцій нанодіапазону. Це пояснюється тим, що при вмісті 5–15% нанопорошок розподіляється по поверхні більш крупних частинок, а не збирається в конгломерати, в яких під тиском руйнується структура наночастинок. Для подальших досліджень консолідації в умовах НРНТ з чотирьох груп порошоків вибрали дві – з вмістом фракцій нанодіапазону 15% і >95%.

Таблиця 3.3 – Щільність дислокацій в порошках *c*BN, що містять фракції нанодіапазону, до і після холодного пресування під високим тиском

Щільність дислокацій, 10^{11} см^{-2}	Тиск, ГПа	Вміст фракцій нанодіапазону в порошках <i>c</i> BN, %			
		>95	30	15	≤ 5
ρ_D	10^{-4}	25 ± 3	$9,3 \pm 1$	$8,3 \pm 0,9$	$3,8 \pm 0,5$
ρ_Z		$0,01 \pm 0,02$	$0,04 \pm 0,04$	$0,4 \pm 0,1$	$0,24 \pm 0,03$
ρ		$0,5 \pm 1,3$	$0,6 \pm 0,5$	$1,8 \pm 0,5$	$0,9 \pm 0,3$
ρ_D	2,5	25 ± 3	$8,3 \pm 0,9$	$7,5 \pm 0,8$	$4,4 \pm 0,3$
ρ_Z		$0,2 \pm 0,2$	$0,04 \pm 0,04$	$0,18 \pm 0,02$	$0,13 \pm 0,02$
ρ		$2 \pm 1,5$	$0,6 \pm 0,5$	$1,2 \pm 0,4$	$0,75 \pm 0,18$
ρ_D	4,2	30 ± 6	$11,7 \pm 1,5$	$6,8 \pm 0,6$	$6,4 \pm 0,5$
ρ_Z		$0,4 \pm 0,06$	$0,04 \pm 0,04$	$0,35 \pm 0,06$	$0,20 \pm 0,04$
ρ		$3,5 \pm 3$	$0,7 \pm 0,7$	$1,55 \pm 0,35$	$1,13 \pm 0,25$
ρ_D	7,7	61 ± 52	21 ± 4	$11,7 \pm 1,5$	$8,6 \pm 0,5$
ρ_Z		$1,7 \pm 0,8$	$0,01 \pm 0,02$	$0,2 \pm 0,04$	$0,5 \pm 0,1$
ρ		10 ± 26	$0,45 \pm 1,7$	$1,5 \pm 0,75$	$2,0 \pm 0,3$

На рисунку 3.1 показано вплив тиску холодного пресування на відносну густину пресовок (рис. 3.1а) і зміну щільності дислокацій в кристалічній ґратці *c*BN (рис. 3.1б) за вмісту фракцій нанодіапазону у вихідних порошках: 1 – >95%; 2 – 30%; 3 – 15%; 4 – $\leq 5\%$

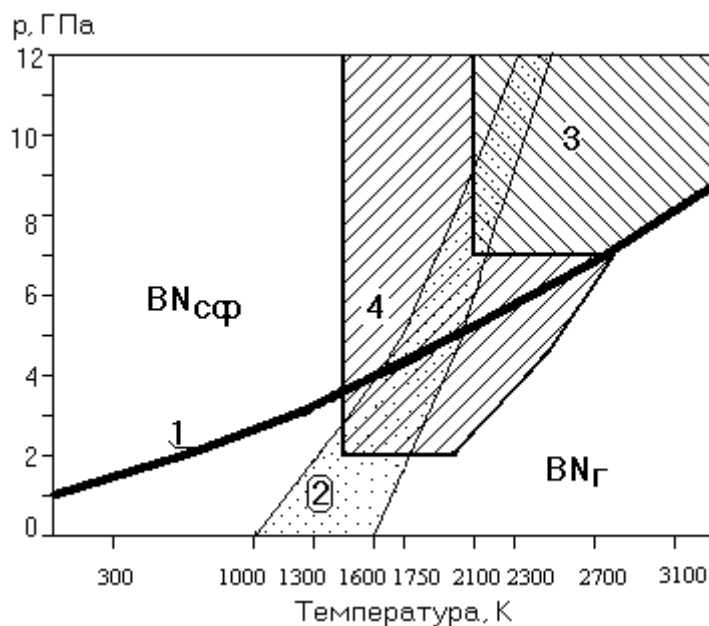


а – густина до тиску; б – щільність дислокацій до тиску

Рисунок 3.1 – Вплив тиску холодного пресування на відносну густину пресовок і зміну щільності дислокацій в кристалічній ґратці cBN

3.2 Еволюція реальної структури cBN під впливом високого тиску і високої температури, фазовий склад та властивості полікристалів

Вибір температур і тисків для дослідження фазових і структурних перетворень в порошках cBN, що містять фракції нанодіапазону, визначався фазовою діаграмою нітриду бору і досвідом спікання з мікронних порошків cBN монофазних полікристалів і композитів [37]. На рисунку 3.2 показано розташування основних областей спікання. Конкретні тиски, які в експериментах точно контролюються за допомогою реперних матеріалів, відповідають областям двохстадійного реакційного спікання порошків cBN з добавкою алюмінію (2,5 ГПа і 4,2 ГПа), і спікання без добавок, або при їх вмісті до 2% (7,7 ГПа).



- 1 – лінія фазової рівноваги $c\text{BN}$ – $h\text{BN}$;
- 2 – границі термічної активації переходів $h\text{BN} \rightarrow c\text{BN}$, $c\text{BN} \rightarrow h\text{BN}$;
- 3 – область спікання порошків $c\text{BN}$ без добавок;
- 4 – область реакційного активованого спікання порошків $c\text{BN}$

Рисунок 3.2 – p, T -діаграма спікання $c\text{BN}$

В таблиці 3.4 наведено параметри реальної кристалічної структури $c\text{BN}$ в полікристалах, отриманих в широкому діапазоні температур спікання.

Еволюція реальної структури при 1300–1750 К в нанопорошку (>95% нанофракцій) і в суміші з 15% нанофракцій подібна. Пластичну деформацію, яка є основним механізмом утворення і росту контактів між частинками порошку, значимо активує тиск. Відпал дефектів структури в нанопорошку ідентифікований при 2300–2700 К, в суміші з 15% нанофракцій – раніше, при 2100–2700 К. Причиною цього могло бути більш інтенсивне ущільнення суміші.

Фазовий склад полікристалів (табл. 3.5) враховували при визначенні їх густини (табл. 3.6).

Таблиця 3.4 – Параметри реальної структури *c*BN в залежності від температури і тиску спікання порошків, що містять фракції нанодіапазону

Тиск, ГПа	Темпера- тура, К	Вміст нанодіапазону			
		>95%		15%	
		ОКР, нм	$\Delta d/d \cdot 10^{-3}$	ОКР, нм	$\Delta d/d \cdot 10^{-3}$
2,5	1300	—	—	24(1)	0,98(14)
4,2	1300	11,8(4)	1,20(5)	21(1)	1,14(13)
7,7	1300	8,6(4)	1,50(6)	6,3(5)	1,40(7)
4,2	1750	9,0(4)	0,81(6)	16(1)	1,61(32)
7,7	1750	10,0(5)	1,80(9)	12(1)	1,27(13)
7,7	2100	13,2(5)	1,10(7)	21(1)	0,94(4)
7,7	2300	20(1)	0,75(5)	21(1)	1,06(9)
7,7	2700	20,0(4)	0,77(2)	21(1)	0,74(5)

Вміст *h*BN в першу чергу залежав від *p, T*-параметрів спікання, що пояснює фазова діаграма на рисунку 3.2. Поблизу лінії фазової рівноваги *c*BN–*h*BN в локальних об'ємах дисперсного середовища (на контактах частинок і в порах) умови відповідають термодинамічній стабільності *c*BN або *h*BN. Тому особливо високий вміст *h*BN був в зразках, отриманих при тиску 4,2 ГПа. При зростанні густини полікристалів перепади тиску зменшуються і відповідно зменшується вміст *h*BN. Відсутність фази *h*BN після спікання при 2100–2700 К свідчить про високу густину полікристалів.

Таблиця 3.5 – Фазовий склад полікристалів (% по масі) в залежності від температури і тиску спікання порошків, що містять фракції нанодіапазону

Тиск, ГПа	Темпера- тура, К	Вміст нанофракцій	
		>95%	15%
2,5	1300	—	95,5% <i>c</i> BN–4,5% <i>h</i> BN
4,2	1300	90% <i>c</i> BN–10% <i>h</i> BN	95,5% <i>c</i> BN–4,5% <i>h</i> BN
7,7	1300	97% <i>c</i> BN–3% <i>h</i> BN	98% <i>c</i> BN–2% <i>h</i> BN
4,2	1750	70% <i>c</i> BN–30% <i>h</i> BN	65% <i>c</i> BN–35% <i>h</i> BN
7,7	1750	98,5% <i>c</i> BN–1,5% <i>h</i> BN	99% <i>c</i> BN–1% <i>h</i> BN
7,7	2100	100% <i>c</i> BN	99,5% <i>c</i> BN–0,5% <i>h</i> BN
7,7	2300	100% <i>c</i> BN	100% <i>c</i> BN
7,7	2700	100% <i>c</i> BN	100% <i>c</i> BN

Схильність нанопорошку до фазового перетворення *c*BN→*h*BN, яке стає можливим навіть без термічної активації (300 К), проявляється до температури 1300 К (10 і 4,5% *h*BN). За вищих температур порошки з різним вмістом нанофракцій поведуться однаково.

Таблиця 3.6 – Густина полікристалів в залежності від температури і тиску спікання порошків, що містять фракції нанодіапазону

Тиск, ГПа	Темпе- ратура, К	Вміст нанофракцій					
		>95%			15%		
		ρ , г/см ³	ρ_0	ρ/ρ_0	ρ , г/см ³	ρ_0 , г/см ³	ρ/ρ_0
2,5	1300	—	—	—	2,43	3,435	0,707
4,2	1300	—	3,141	—	2,55	3,435	0,742
7,7	1300	2,97	3,453	0,86	2,87	3,465	0,828
4,2	1750	—	3,121	—	2,43	3,06	0,794
7,7	1750	3,12	3,471	0,90	3,15	3,478	0,906
7,7	2100	3,21	3,49	0,92	3,30	3,484	0,947
7,7	2300	3,24	3,49	0,93	3,30	3,49	0,946
7,7	2700	3,18	3,49	0,91	3,30	3,49	0,946

При температурах спікання 2100–2700 К з порошків *c*BN нанодіапазону отримували менш щільні полікристали (0,92–0,93) в порівнянні з щільністю полікристалів з порошків, де 15% нанофракцій. Відповідно відрізнялися полікристали за твердістю (табл. 3.7) .

Таблиця 3.7 – Твердість полікристалів *c*BN в залежності від температури спікання порошків, що містять фракції нанодіапазону

Тиск, ГПа	Темпера- тура, К	Вміст нанофракцій			
		>95%		15%	
		HKН10, ГПа	HV10, ГПа	HKН10, ГПа	HV10, ГПа
7,7	1750	4,5±1	7,0±1	10,0±0,3	11,1±0,5
7,7	2100	15,1±1	13±4	15,8±1,0	—
7,7	2300	18,0±2	13,8±2	28±1	30,7±3

Перевагою полікристалів, отриманих з порошків cBN , що містять нанорозмірні фракції (15%) в суміші з субмікронним порошком, є їх значно вища твердість.

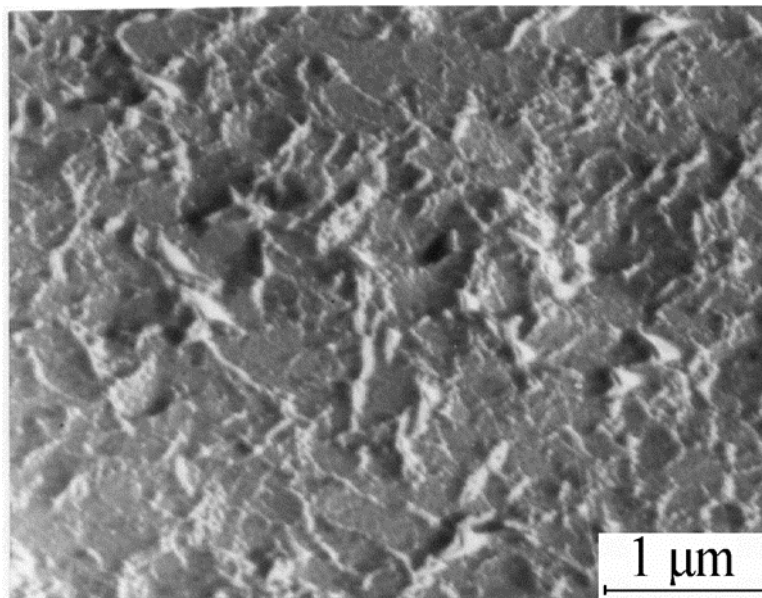


Рисунок 3.3 – Мікрофрактограма полікристалу cBN , отриманого спіканням при НРНТ порошків cBN з вмістом 15% по об'єму фракцій нанодіапазону



Рисунок 3.4 – Зображення на просвіт в електронному мікроскопі ділянки мікроструктури зразку після спікання нанопорошку cBN

На рисунку 3.3 показана структура злому монофазного полікристалу, отриманого при параметрах спікання 7,7 ГПа, 2100 К з порошку cBN, що містить 15% фракцій нанодіапазону. Еволюція реальної структури закінчилася відпалом дефектів, але рекристалізація не відбулася. Розмір зерен (злом міжкристалічний) успадковує розмір частинок вихідного порошку.

4 ОХОРОНА ПРАЦІ ТА БЕЗПЕКА В НАДЗВИЧАЙНИХ СИТУАЦІЯХ

В більшості випадків проведення дослідів з надтвердими матеріалами можна частково прирівняти до малосерійного виробництва надтвердих матеріалів.

При проведенні експерименту важливо дотримуватись вимог та правил охорони праці, адже виробництво виробів з надтвердих матеріалів несе багатогранну небезпеку, на кожному етапі є окремі фактори ризику, а саме: подразнення слизистих оболонок носу, горла та захворювання легеневих тканин; можливість бути ураженим електричним струмом у разі відсутності заземлення при роботі з пічним та пресовим обладнанням; можливість отримати пошкодження різної ступені важкості в разі неакуратної роботи з шліфувальним обладнанням та інше.

Наразі діє наказ від 28.12.2017 № 2072 Про затвердження Вимог безпеки та захисту здоров'я під час використання виробничого обладнання працівниками.

Використання виробничого обладнання – діяльність, пов'язана з виробничим обладнанням, зокрема запуск або зупинка обладнання, його використання за призначенням, транспортування, ремонт, модифікація (реконструкція, модернізація), нагляд і технічне обслуговування, у тому числі очищення.

Виробниче обладнання – будь-яка машина, апарат, інструмент, пристрій або устаткування, що використовуються під час виконання робіт, виготовлення продукції, надання послуг, у тому числі машини, механізми, устаткування підвищеної небезпеки.

Небезпечна зона – будь-яка зона всередині або навколо виробничого обладнання, в якій працівник, відкритий для зовнішнього впливу, наражається на ризик для здоров'я, безпеки життя.

Оператор - працівник, який за завданням використовує виробниче обладнання.

Працівник, відкритий для зовнішнього впливу – будь-який працівник, який перебуває частково або повністю у небезпечній зоні.

Призначений строк служби (ресурс) – календарна тривалість експлуатації (сумарний наробіток), у разі досягнення якої(-го) машини, механізми, устаткування підвищеної небезпеки виводяться з експлуатації, здійснюється їх експертне обстеження, за результатами якого приймається рішення щодо встановлення нового строку експлуатації зазначеного виробничого обладнання з проведенням або без проведення ремонту, модифікації (реконструкції, модернізації), або здійснюється його списання.

4.1 Безпека технологічного обладнання

В даній роботі використовувались апарати високого тиску (АВТ) типу ковадло з заглибленням. Є багато різновидів даного типу апаратів, які відрізняються формою заглиблення, наявністю крім центрального заглиблення ще допоміжних заглиблень і т.д. Використовували АВТ з допоміжним периферійним заглибленням у вигляді тора з матрицями з твердого сплаву ВК-6 – «тороїд». Робочі параметри АВТ типу «тороїд» – тиск до 7,7 ГПа, температура – до 2300 К.

Апарати високого тиску «ковадло з заглибленням» з матрицями із загартованої інструментальної сталі широко застосовуються в ІНМ НАНУ ім. В. М. Бакуля для синтезу порошків алмазу і кубічного нітриду бору.

Для створення високого тиску і високої температури АВТ стискають між опорними і підкладними плитами пресу, створюючи в ньому високий тиск, після чого нагрівають реакційну комірку апарату пропусканням через її струмопровідні елементи електричного струму. Розподіл температури в реакційній комірці залежить від численних факторів, серед яких – інтенсивність відведення тепла від верхньої і нижньої блок-матриці АВТ через опорні і підкладні плити.

Твердосплавні АВТ спроможні створювати тиск до 8 – 10 ГПа і експлуатовані в даний час в ІНМ – це апарати типу «тороїд». На сьогоднішній день використовуються АВТ тороїд з діаметром лунки 13,5; 17; 20; 23; 30 і 40 мм, робочий об'єм цих апаратів відповідно 0,1; 0,4; 0,75; 1,0; 3,0; 6,3 см³. В зазначених АВТ, витримуючи умови всестороннього стиснення в робочому об'ємі при

спіканні, можна надійно одержувати полікристали cBN (за результатами численних експериментів) циліндричної форми діаметром 4,5; 7,0; 9,0; 10,0; 14,5 і 18,5 мм.

Експлуатація АВТ здійснювалася на пресових установках ДАО-044 конструкції Рязанського заводу пресового обладнання, що розвиває зусилля 25 МН при діаметрі плунжера 520 мм.

Тиск масла в системі вимірювався зразковим манометром типу МО (клас точності 0,4). Зусилля на блок-матриці АВТ передавалося через опорні плити, через котрі також здійснювався підвід струму.

Силовий електричний ланцюг складався з системи високоточного регулятора температури ВРТ-2 в комплекті з тиристорним підсилювачем У-252 та трансформатором струму ТК-25, що підключався вторинною обмоткою за допомогою шин до опорних плит. Вимірювання сили струму в ланцюгу АВТ проводилося за допомогою вимірювального трансформатора струму УТТ-6М2.

Напруга знімалась безпосередньо з блок-матриць АВТ і, підвищена трансформатором АМО-4У4, вимірювалася вольтметром вимірювального комплексу К-505. Сигнал УТТ-6М2 також вимірювався приладом К-505. Покази ватметра в К-505 можна було легко перерахувати в дійсну потужність, що виділяється в навантаженні, по відомій величині коефіцієнтів трансформації УТТ-6М2 та АМО-4У4. Необхідна потужність струму нагріву встановлювалося за допомогою регулюючого блока Р-111 приладу ВРТ-2.

Тиск і температура – фактори, що мають визначальний вплив на формування структури та властивостей полікристалів, тому забезпечення їх точного відтворення надзвичайно важлива методична проблема. Для цього потрібно:

а) стабільний за властивостями АВТ (в процесі експлуатації АВТ відбувається зміна форми лунки та зміна електро- і теплофізичних властивостей матеріалу вставки в зоні контакту з коміркою високого тиску (КВТ);

б) конструкція КВТ, яка забезпечувала би якнайбільш точне відтворення p, T -параметрів від досліду до досліду (в тому числі точне виконання розмірів елементів КВТ та властивостей матеріалів елементів КВТ, таких як густина, фазовий та

домішковий склад) та прийнятні значення перепадів тиску та температури в робочому об'ємі.

Робоче заземлення необхідне для забезпечення ефективної та безперервної роботи електроустановок всього підприємства. Для належного функціонування електроустановок виконується навмисне з'єднання з землею окремих точок електричного кола – нейтральних точок обмоток генераторів, силових і вимірювальних трансформаторів та обладнання.

Довкола обладнання розміщені дерев'яні піддони по яких і здійснюється пересування для більшої безпеки при роботі з електроприладами.

Також, можна згадати про процес шліфування на шліфувально-полірувальному верстаті 3E881M, де використовуються алмазні порошки різної зернистості і використовуються засоби захисту дихальних шляхів, витяжка та спеціальні рукавиці.

Для виявлення пожеж у лабораторіях застосовується автоматична пожежна сигналізація. Тип автоматичного датчика плавкий.

Кожна лабораторія має схему евакуації людей під час пожежі.

4.2 Безпека технологічного процесу

Одними із основних процесів, що використовувалися в цій роботі та несуть в собі потенційний ризик були: змішування, спікання та шліфування.

При змішуванні та шліфуванні використовуються захисні окуляри, охолодження та припливно-витяжна вентиляція відповідно.

Усі виробничі приміщення, в атмосфері яких можлива поява шкідливих для здоров'я працівників газів, аерозолів та інших викидів, обладнані припливно-витяжною вентиляцією, оснащені приладами із системами звукової та світлової сигналізації про перевищення ГДК шкідливих речовин.

Процес спікання у АВТ є найнебезпечнішим із процесів оскільки поєднує в собі роботу з високими тисками, температурами та електричним устаткуванням.

До роботи на апаратах високого тиску допускаються працівники, які мають право на обслуговування цих апаратів. Усі апарати високого тиску обладнують контрольно-вимірювальними приладами та запобіжними пристроями, що запобігають відхиленню режиму роботи апарата (тиск, температура тощо) від допустимих значень.

КВТ розроблені так аби при своїй роботі стабільно витримувати робочі навантаження. Таким чином кільця виготовлені з різних матеріалів, зокрема: ВК6, ВК15, 35ХГСА, ШХ15 наближених до центра устаткування відповідно до їх властивостей.

Установки винесено в частину лабораторії де вони при надзвичайній ситуації при роботі з ними завдали б мінімум шкоди. Так пресові установки та АВТ розміщені в окремому приміщенні зі схожим обладнанням і подалі від несучих стін.

Завантаження та розвантаження апаратів високого тиску здійснюють механізованим способом. Розвантаження їх вручну виконують не менше двох працівників в ізолювальних дихальних апаратах.

Визначення тиску і температури в комірці високого тиску проводяться в спеціальних градуювальних комірках, максимально наближених до робочих КВТ, з допомогою традиційних методик: вимірювання тиску з допомогою датчиків тиску, таких як вісмут, селенід свинцю; температури з використанням термопар – хромель-алюмелієвої, вольфрам-ренієвої, платино-родієвих.

Проводяться заходи, що застерігають від ураження електричним струмом, тобто перевірка повної справності електропроводів; обладнання має на корпусах елементи заземлення та надійно заземлене.

Роботи в апаратах високого тиску здійснюються відповідно до вимог, зазначених у розроблених в ІНМ НАНУ ім. В. М. Бакуля інструкції, в якій передбачають:

- а) підготовку апарата до зупинки із вжиттям заходів, що унеможливають його помилковий пуск і подачу живлення до нього;
- б) порядок дій працівників у разі аварійної зупинки апарата;
- в) організацію ремонту, налагодження та обслуговування апарата;

- г) порядок допуску працівників для роботи в захисному апараті та заходи безпеки;
- д) контроль за безпекою та якістю робіт, що виконуються в апараті високого тиску;
- е) порядок введення апарата в експлуатацію.

4.3 Висновки до розділу охорони праці та безпеки в НС

Детально розглянувши технологічні операції з точки зору охорони праці та безпеки в надзвичайних висновках, можна зробити висновок, що всі технологічні операції задовольняють нормам, встановленим законодавством. Все обладнання має певні захисні деталі чи елементи: сталевий кожух, звукова сигналізація, автоматичне вимкнення та інше. Робочі місця – ергономічні, є можливість відпочинку та є спеціальні виділення місця для нагляду за обладнанням. Частина процесів повністю автоматизована. Устаткування виконане з якісних матеріалів. Проводяться навчання працівників з охорони праці та техніки безпеки. Технологічні процеси максимально усувають контакт із небезпечними речовинами. Є наявність герметизації на відповідних ділянках.

5 ЕНЕРГЕТИЧНИЙ РОЗДІЛ

В даній роботі використовувались апарати високого тиску (АВТ) типу ковадло з заглибленням. Експлуатація АВТ здійснювалася на пресових установках ДАО-044 конструкції Рязанського заводу пресового обладнання, що розвиває зусилля 25 МН при діаметрі плунжера 520 мм.

У даному розділі проведемо розрахунок кількості електроенергії, необхідної для забезпечення роботи цеху.

Обсяг витрат електроенергії визначають на підставі вибору і розрахунку кількості технологічного обладнання, використання його встановленої потужності при запланованому режимі роботи :

$$\mathcal{E} = M \times \Phi_0 \times \eta_{\text{зв}} \times K_1 \times K_2, \quad (5.1)$$

де M – встановлена потужність обладнання, кВт;

Φ_0 – річний фонд часу роботи обладнання, год.;

$\eta_{\text{зв}}$ – коефіцієнт завантаження обладнання;

K_1 – коефіцієнт одночасності роботи (приймається рівним: для електричних печей – 0,6; для генераторів високочастотного нагріву – 0,8);

K_2 – коефіцієнт використання потужності (приймається рівним 0,7).

В умовах малотоннажних виробництв транспортувальне обладнання вибирають разом з основним, а його характеристики вносять у відомість основного обладнання.

Витрати енергії для санітарно-технічних пристроїв (вентиляції, опалення) визначають у відповідності з вимогами по охороні праці та техніки безпеки.

Витрати енергії на компресійні і вакуумні установки розраховують на основі потужності встановлених у цеху пристроїв та режимах їхньої роботи.

Розрахунок витрат енергії на освітлення для кожного приміщення виконують на основі загального плану цеху. Вихідні данні для розрахунку: площа приміщення,

необхідна освітлюваність і режим роботи освітлювальних пристроїв.

Витрати енергії на освітлення розраховують за формулою:

$$Q = \frac{S \times q \times \tau \times f}{1000}, \quad (5.2)$$

де S – освітлювальна площа, м²;

q – поверхнева щільність теплового потоку, Вт/м²;

τ – число годин горіння на рік;

f – коефіцієнт одночасного горіння.

Таблиця 5.1 – Витрати електроенергії на роботу технологічного обладнання

Найменування споживача струму	Кількість споживачів	Потужність, кВт	Фонд робочого часу на рік, год	Коефіцієнт завантаженості	Коефіцієнт одночасності	Коефіцієнт використання потужності	Річні витрати електроенергії, кВт·год
Електрич на піч	1	5кВт	1000	0,5	0,6	0,7	1050
Пресова установка	1	20кВт	740	0,9	0,8	0,7	7460
Усього витрат, кВт×год							8510

Величину q зазвичай приймають: для виробничих приміщень – від 11 Вт/м² до 15 Вт/м², для побутових і службових приміщень – 10 Вт/м².

Залежно від тривалості освітлювального періоду значення τ приймають рівним: для двозмінної роботи – 2500 год., для тризмінної роботи – 4700 год.

Коефіцієнт, який враховує одночасність горіння ламп, приймають: для виробничих прогонів – 0,8; для побутових та службових приміщень – 0,7; для підвалів – 0,9.

Таблиця 5.2 – Витрати електроенергії на освітлення

Найменування споживача	Освітлю- вальна площа, м ²	Поверх- нева щільність теплого потoku, Вт/м ²	Кількість годин горіння на рік, год	Коефіцієнт одночас- ності горіння	Річні витрати електро- енергії, кВт·год
Виробнича лабораторія	150	11	2500	0,8	3300
Усього витрат, кВт·год					3300

За формулами 5.1 та 5.2 було проведено розрахунок обсягу витрат електроенергії на обладнання та освітлення виробничих приміщень, результати розрахунків витрат електроенергії зведено в таблиці 5.1 та 5.2.

6 ОРГАНІЗАЦІЙНИЙ РОЗДІЛ

6.1 Розрахунок чисельності виробничих робітників

Методика розрахунків планової чисельності працівників окремих категорій визначається специфікою їхньої роботи та галузевими особливостями функціонування підприємства.

Для визначення загальної чисельності промислово-виробничого персоналу на плановий період використовують метод коректування базової чисельності або метод розрахунку планової чисельності на підставі повної трудомісткості виготовлення продукції.

Чисельність працівників, зайнятих на нормованих роботах ($\mathcal{C}_{p.n}^{пл}$), розраховують за формулою:

$$\mathcal{C}_{p.n}^{пл} = \frac{\sum_{i=1}^n t_i \times m_i}{T_{p.ч} \times K_{в.н}}$$

де n – кількість найменувань продукції;

t_i – планова трудомісткість одиниці i -го виду продукції, нормо-годин;

m_i – кількість продукції i -го виду, одиниць;

$T_{p.ч}$ – розрахунковий ефективний час роботи одного робітника, год (табл. 6.1);

$K_{в.н}$ – очікуваний коефіцієнт виконання норми (1,0 – 1,5).

Чисельність основних робітників, зайнятих на ненормованих роботах ($\mathcal{C}_{oc}^{пл}$) (контроль технологічного процесу, управління апаратами, машинами та іншим устаткуванням), розраховують за нормами обслуговування, а саме:

$$\mathcal{C}_{oc}^{пл} = \frac{m_o \times \Pi_{зм} \times K_{п}}{H_{об}},$$

де m_o – кількість обслуговуваних об'єктів;

$\Pi_{зм}$ – кількість робочих змін протягом доби;

$K_{\text{п}}$ – коефіцієнт переведення явочної чисельності в облікову;

$H_{\text{об}}$ – норма обслуговування (кількість одиниць обладнання, що обслуговує один працівник).

Таблиця 6.1 – Баланс робочого часу середньооблікового працівника

Показники	Планові значення
Кількість календарних днів	365
Вихідні та святкові дні	109
Час на планово-попереджувальний ремонт, днів	10
Номінальний фонд робочого часу, днів	246
Невиходи на роботу, днів	26
з них:	
відпустки	20
захворювання	4
дозволені законом	1
з дозволу адміністрації	0,5
прогули	0,5
цілодобові простої	0
страйки	0
Явочний робочий час, днів	220
Середня тривалість робочого дня, год.	7,9
Внутрішньо змінні втрати робочого часу та простої, год	0,3
Робочі години	7,6
Ефективний фонд робочого часу за рік, год.	1672

Коефіцієнт переведення явочної чисельності в облікову розраховується за формулою:

$$K_n = \frac{100}{(100 - k)},$$

де k – плановий відсоток невиходів на роботу (за даними таблиці 6.1

$$k = \frac{26}{246} \cdot 100 = 10,6).$$

Чисельність допоміжних працівників ($\text{Ч}_{\text{д}}^{\text{пл}}$), для яких неможливо встановити норму обслуговування та розрахувати трудомісткість робіт, визначають за кількістю робочих місць за формулою:

$$\text{Ч}_{\text{д}}^{\text{пл}} = \text{П}_{\text{р.м}} \times \text{П}_{\text{зм}} \times \text{К}_{\text{п}}$$

де $\text{П}_{\text{р.м}}$ – кількість робочих місць (визначається за планом цеху).

Загальну чисельність робітників цеху, як основних, так і допоміжних, округлюють до найближчого цілого числа.

Приклад оформлення результатів розрахунків чисельності основних і допоміжних робітників (за робочими місцями) наведено в таблиці 6.2.

Чисельність управлінського персоналу встановлюють, виходячи з організаційної структури управління цехом (дільницею) на аналогічному підприємстві.

Таблиця 6.2 – Чисельність основних і допоміжних робітників цеху

Професія, спеціальність	Квалфіка- ційний розряд	Явочна чисельність по змінах			Загал ом на добу	Коефіцієнт переведення явочної чисельності в облікову	Обліко ва чисель ність
		1-а	2-а	3-а			
Основні робітники							
Пресувальник	4	6	6	-	12	1,12	14
Спікальний	5	2	2	2	6	1,12	7
Разом		8	8	2	18		21
Допоміжні працівники							
Наладчик	6	1	1	1	3	1,12	4
Черговий слюсар- електрик	5	1	1	1	3	1,12	4
Разом		3	3	2	8		11
Усього робітників		11	11	4			32

6.2 Визначення фондів заробітної плати

Основним організаційно-правовим інструментом обґрунтування диференціації зарплати працівників підприємства різних форм господарчої діяльності є тарифно-посадова система, основні елементи якої: тарифно-кваліфікаційні довідники; кваліфікаційні довідники посад керівників, спеціалістів і службовців; тарифні сітки й ставки; схеми посадових окладів або єдина тарифна сітка. Працюючи над проектом, можна використовувати дані підприємства-аналога.

Тарифна сітка встановлює відповідні співвідношення в оплаті праці працівників різної кваліфікації. Вона є, власне, переліком тарифних розрядів і відповідних коефіцієнтів. Установлені в Україні параметри тарифної сітки наведено в таблиці 6.3.

Таблиця 6.3 – Типова тарифна сітка робітників різногалузових підприємств та організацій

Показник	Тарифні розряди							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Тарифні коефіцієнти	1,0	1,088	1,204	1,350	1,531	1,800	1,892	2,0
Зростання тарифних коефіцієнтів:								
абсолютне		0,088	0,116	0,140	0,181	0,269	0,092	0,108
відносне		8,8	10,7	12,1	13,4	17,6	5,1	5,7

Важливим елементом тарифної системи є тарифна ставка. Її абсолютну величину визначають згідно зі встановленим державою мінімальним розміром заробітної плати. Згідно державного бюджету України на 2019 рік мінімальна заробітна плата становить: у місячному розмірі – 4173 грн, у погодинному розмірі – 25,13 грн. [1 ек]¹. Так, якщо на підприємстві тарифну ставку для першого розряду встановлено на рівні 25,13 грн, то ставка другого розряду становитиме $25,13 \times 1,088 = 27,32$ грн, третього розряду $25,13 \times 1,204 = 30,26$ грн. і т. д.

6.3 Розрахунок продуктивності праці

Продуктивність праці, яка відображає ефективність роботи трудового колективу, розраховують як відношення річного обсягу виробництва до облікового складу всіх працівників цеху (робітників, управлінського персоналу та обслуговуючого персоналу).

Таким чином, продуктивність праці Π – це річний обсяг продукції, виготовленої з розрахунку на одного працівника цеху:

$$\Pi = \frac{G}{\sum \text{Ч}},$$

де G – обсяг продукції, виготовленої цехом (дільницею) за рік, кг;

$\sum \text{Ч}$ – чисельність працівників усіх категорій (робітників, управлінського та обслуговуючого персоналу).

Річний обсяг робіт вимірюють за допомогою різних показників. Це можуть бути натуральні або умовно-натуральні показники: штуки, комплекти, тонни тощо. Використовують також вартісні (у гривнях) та трудові (у нормо-годинах) показники.

7 ЕКОНОМІЧНИЙ РОЗДІЛ

7.1 Науково-технічна актуальність ДР

Актуальність досліджень наноструктурних систем, пошуку їх особливих властивостей і технологічних рішень засвідчує постійна підтримка в Європі таких програм. В Україні роботи в області технологій отримання і дослідження наноматеріалів успішно проводять в ряді інститутів Національної академії наук.

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАНУ є провідною в Україні організацією, де проводять роботи по вивченню процесів спікання під високим тиском порошків алмазу і кубічного нітриду бору з розміром частинок в нанодіапазоні, дослідженню фазових перетворень і реакційної здатності таких порошків та створенню композиційних матеріалів з їх використанням.

В значній мірі цьому сприяє наявність обладнання і апаратів для створення високих тисків, а також те, що в ІНМ НАНУ вперше розроблено спосіб і отримані (методом гідравлічної класифікації на центрифугах) порошки КНБ з розміром частинок в нанодіапазоні, з вмістом 100% кубічної модифікації. Отримання такого порошку, дослідження його властивостей, фазових і структурних перетворень під дією тисків і температур, оцінки можливості створення композиційних матеріалів з їх використанням було виконано в рамках теми 1.6.7.0117 [1]. Її результати показали можливість успадкування в монофазних полікристалах кубічного нітриду бору структури вихідного нанопорошку і недостатню міцність границь зерен таких полікристалів. Реакційним спіканням нанопорошків кубічного нітриду бору з добавками алюмінію і ультрадисперсного нітриду титану отримали композити з твердістю 28 ГПа. В таких зразках була досягнута гомогенність структури окремих фаз, але розподіл в об'ємі матеріалу фазових складових (і, відповідно, твердості) не відповідав структурі гомогенного матеріалу. Слід зазначити, що створення композитів з гомогенним фазовим складом і ультрадисперсною структурою, навіть, якщо їх фізико-механічні властивості будуть не нижче рівня таких у відомих композитах киборит-2 і киборит-3, дозволить значно розширити області

застосування ріжучих пластин на операціях тонкого точіння, розмірної обробки поверхні.

7.2 Мета та завдання науково-дослідницької роботи

Метою даної роботи є вивчення формування структури і властивостей полікристалів при спіканні в умовах високого тиску і високих температур порошків кубічного нітриду бору, що містять фракції нанодіапазону, структури і властивостей композитів.

Для реалізації мети роботи необхідно вирішити задачі:

- аналіз літературних даних та обґрунтування напряму дослідження;
- розробка методики експерименту;
- дослідження впливу складу порошків на структуру та властивості даного матеріалу;
- рентгенодифракційний аналіз, електронна мікроскопія та мікрофрактографія, дослідження на абразивний знос;
- узагальнення отриманих результатів та формулювання рекомендацій щодо використання такого матеріалу.

7.3 Розрахунок планової собівартості проведення дослідження

Розрахунок усіх витрат на НДР, пов'язаних з виконанням даної теми, дає можливість встановити планову кошторисну вартість теми. Планування забезпечує зниження трудових і матеріальних витрат з метою отримання найкращих результатів за найменших витрат.

Планова собівартість визначається за наступними статтями витрат:

- заробітна плата науково-дослідницького персоналу;
- єдиний соціальний внесок;
- вартість спец. обладнання для виконання НДР;
- вартість матеріалів, необхідних для проведення НДР;

- витрати на службові відрядження;
- інші прямі невраховані витрати по темі;
- накладні витрати.

7.3.1 Розрахунок фонду заробітної плати виконавців

Витрати за цією статтею включають заробітну плату працівників усіх категорій, зайнятих виконанням робіт з даної теми. Заробітна плата розраховується на основі даних про трудомісткість окремих робіт, і посадових окладів виконавців цих робіт. Перелік робіт та їх трудомісткість зведено в таблицю 7.1.

Таблиця 7.1 – Трудомісткість етапів дипломної роботи

Етапи НДР	Трудомісткість, людино-днів				Разом, людино- днів
	Ст. науковий співробітник	Інженер- дослідник	Технік	Лаборант	
1	2	3	4	5	6
Отримання завдання, підбір та аналіз літератури	10	10	-	-	20
Розробка методики дослідження	10	5	-	-	15
Підготування сумішей	-	2	1	3	6
Пресування і спікання	-	5	10	10	25
Проведення механічних та структурних досліджень	3	5	15	15	38
Обробка та обговорення результатів	8	10	-	-	18
Оформлення та перевірка роботи	5	13	-	-	18
Разом	36	50	26	28	140

Середньоденна заробітна плата за категоріями виконавців розраховується шляхом ділення їх посадового місячного окладу на 21,2 (де 21,2 – усереднене число робочих днів за місяць). Далі перемножуючи загальну кількість людино-днів на відповідну середньоденну заробітну плату кожного працівника, розраховується плановий фонд заробітної плати всіх виконавців. Підсумовуючи одержані результати, визначається фонд заробітної плати з теми. Результати розрахунку фонду заробітної плати з теми зведено у таблиці 7.2.

Таблиця 7.2 – Розрахунки витрат на оплату праці

Посада виконавців теми	Планова трудомісткість, людино-днів	Заробітна плата, грн		
		Посадовий місячний оклад	Середньоденна зарплата	Усього за виконавцями
Старший науковий співробітник	36	10043	473,73	17054,28
Інженер-дослідник	50	3723	175,61	8780,5
Технік	26	4855	229,01	5954,26
Лаборант	28	4252	200,57	5615,96
Разом оплата праці з теми				37405

7.3.2 Єдиний соціальний внесок

Єдиний соціальний внесок (ЄСВ) – це обов’язкове відрахування на загальнодержавне соціальне страхування. З 1 січня 2016 р. ставка ЄСВ

складає 22 %. Базою для нарахування ЄСВ слугують загальні витрати на оплату праці по темі (табл. 7.2).

$$B_c = 37405 * 0,22 = 8229,1 \text{ грн}$$

7.3.3 Витрати на спец. обладнання для проведення експериментів

Всі роботи виконуються на обладнанні Інституту надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України. Додаткові витрати на придбання спеціальних приладів для проведення даної роботи не потрібні.

7.3.4 Визначення витрат на матеріали, необхідні для проведення експериментів

Витрати на матеріали, які необхідні для проведення даної НДР вираховуються з ціни одиниці і загальної кількості використаного матеріалу. Результати розрахунків зведені в таблиці 7.3.

Транспортно-підготовчі витрати приймаємо на рівні 10% від вартості використаних матеріалів:

$$B_{\text{тр.}} = 2695,68 * 1,1 = 2965,25 \text{ грн.}$$

Таблиця 7.3 – Вартість матеріалів, необхідних для виконання НДР

Найменування матеріалу	Стандарт, технічні умови	Викорис-тано грам	Ринкова ціна за кілограм, грн	Сума, грн.
1	2	4	5	6
Порошок Al	ГОСТ 6058-73	18,36	190	3,48
Порошок cBN	ТУ У 88.090.018-98	125,46	18299,4	2295,84
Порошок C _a	ГОСТ 9206-80	39,78	7450	296,36
Невраховані витрати				100
Разом				2695,68

7.3.5 Визначення витрат на службові відрядження

Витрати на виробничі відрядження при даній НДР не враховуються.

7.3.6 Визначення інших прямих неврахованих витрат по темі

Ця стаття поєднує в собі всі прямі витрати на проведення НДР, що не увійшли до попередніх статей (оплата консультацій спеціалістів з інших організацій, використання обладнання інших організацій та інше). При проведенні даної роботи інші прямі витрати складають 10% від суми врахованих витрат на НДР:

$$B_I = (37405 + 8229,1 + 2965,25) * 0,1 = 4859,94 \text{ грн.}$$

7.3.7 Накладні витрати

За цією статтею плануються витрати на заробітну плату управлінського та загальногосподарського персоналу, єдиний соціальний внесок, витрати на допоміжне виробництво, на охорону праці та техніку безпеки, витрати на утримання та експлуатацію виробничої площі та універсального та спеціального обладнання для експериментальних цілей тощо. Накладні витрати складають 20% від суми всіх прямих витрат по НДР:

$$H_B = (37405 + 8229,1 + 2965,25 + 4859,94) * 0,2 = 10691,86 \text{ грн.}$$

7.3.8 Розроблення планової калькуляції кошторисної вартості теми

Планова калькуляція вартості проведення досліджень по темі складається на підставі виконаних розрахунків та нормативних даних (табл. 7.4).

Таблиця 7.4 – Плановий кошторис витрат на виконання НДР

Стаття витрат	Сума, грн..	Обґрунтування
Витрати на оплату праці	37405	Відповідно до розрахунків
Єдиний соціальний внесок	8229,1	Відповідно до діючих загальнодержавних нормативів
Вартість основних матеріалів	2965,25	Відповідно до розрахунків
Вартість спец. обладнання	—	Не передбачено
Витрати на службове відрядження	—	Не передбачено

Продовження таблиці 7.4

Стаття витрат	Сума, грн..	Обґрунтування
Інші прямі не враховані витрати	4859,94	Відповідно до розрахунків
Накладні витрати	10691,86	Відповідно до розрахунків
Кошторисна вартість теми	64151,15	Сума попередніх статей

7.3.9 Науково-технічна ефективність НДР

Дана дипломна робота є частиною комплексної теми, у зв'язку з цим розрахунок прямої ефективності її результатів не виконується. У цьому випадку можна застосувати оцінку умовної ефективності по окремих її характеристиках, кожна з яких оцінюється за 10-ти бальною шкалою:

- важливість розробки (K1) – 6 балів;
- можливість використання результатів розробки (K2) – 7 балів;
- теоретичне значення та рівень новизни (K3) – 5 балів;
- складність розробки (K4) – 5 балів.

Загальна оцінка вираховується перемноженням коефіцієнтів:

$$Б = 6 * 7 * 5 * 5 = 1050$$

Умовний ефект НДР:

$$E_{\text{НДР}}^y = 100 * Б - E_{\text{н}} * Z_{\text{ндр}},$$

де 100 – умовна вартість одного балу;

$E_{\text{н}}$ – нормальний коефіцієнт економічної ефективності;

$Z_{\text{ндр}}$ – загальні витрати на НДР.

$$E_{\text{НДР}}^y = 100 * 1050 - 0,25 * 64151,15 = 88962,21 \text{ грн.}$$

Тоді коефіцієнт економічної доцільності визначається як відношення умовного коефіцієнту НДР до загальних витрат на НДР:

$$E = \frac{88962,21}{64151,15} = 1,39$$

Розрахований коефіцієнт економічної доцільності свідчить про те, що виконання даної НДР є доцільними з економічної точки зору.

7.4 Висновки до економічного розділу

Обґрунтована науково-технічна актуальність виконання досліджень по даній темі. Розраховано планово-кошторисну собівартість проведення ДР з урахуванням витрат всіх видів ресурсів. Розраховано показник умовної економічної ефективності проведення роботи.

8 РОЗРОБЛЕННЯ СТАРТАП-ПРОЕКТУ

8.1 Актуальність

В останні роки великого поширення серед організацій-початківців і різних об'єднань молодих вчених набули startup-проекти (стартапи). Стартап – це тільки-но створена компанія (можливо, навіть не є ще юридичною особою), яка знаходиться на стадії розвитку і будує свій бізнес або на основі нових інноваційних ідей, або на основі технологій, які щойно з'явилися. Для стартапу характерні: обмеженість початкових інвестицій; швидкий розвиток; низькі шанси на успіх. Основним документом, що характеризує стартап, є бізнес-план – обов'язковий письмовий документ, що визначає ділові можливості та перспективи подальшого розвитку, а також роз'яснює, як ці можливості можуть бути реалізовані наявною командою.

Для задоволення потреби машинобудування, металообробки та інших галузей де необхідні матеріали для обробки, а також забезпечення економії дорогих і дефіцитних марок сталі, що застосовуються при виготовленні інструменту і деталей машин, необхідно розвивати та впроваджувати нові тверді сплави. Вони можуть забезпечити довговічність та надійність деталей машин та інструменту, що працюють в складних умовах експлуатації. Розробка та отримання твердих сплавів є дуже важливим завданням.

Створення композитів з гомогенним фазовим складом і ультрадисперсною структурою, навіть, якщо їх фізико-механічні властивості будуть не нижче рівня таких у відомих композитах киборит-2 і киборит-3, дозволить значно розширити області застосування ріжучих пластин на операціях тонкого точіння, розмірної обробки поверхні.

8.2 Мета і завдання стартап проекту

Метою розділу є формування інноваційного мислення, підприємницького духу та формування здатностей щодо оцінювання ринкових перспектив і

можливостей комерціалізації основних науково-технічних розробок, сформованих у попередній частині магістерської дисертації у вигляді розроблення концепції стартап-проекту в умовах висококонкурентної ринкової економіки глобалізаційних процесів.

Завдання розділу полягає в маркетинговому аналізі перспектив реалізації запропонованих магістрантом науково-технічних рішень та пропозицій, оцінювання можливостей їх ринкового впровадження.

8.3 Опис ідеї проекту

В межах підпункту слід послідовно проаналізувати певні ідеї (табл. 8.1):

- зміст ідеї (що пропонується);
- можливі напрямки застосування;
- основні вигоди, що може отримати користувач товару (за кожним напрямком застосування);
- чим відрізняється від існуючих аналогів та замінників

Таблиця 8.1 – Опис ідеї стартап-проекту

Зміст ідеї	Напрямки застосування	Вигоди для користувача
Отримання ріжучого інструменту з високою в'язкістю до руйнування	Використання як ріжучого інструменту	Отримання надійного ріжучого інструменту

8.3.1 Технологічний аудит ідеї проекту

У межах даного підрозділу необхідно провести аудит технології, за допомогою якої можна реалізувати ідею проекту, а саме технології створення товару (табл. 8.2).

Таблиця 8.2 – Технологічна здійсненність ідеї проекту

Ідея проекту	Технології її реалізації	Наявність технологій	Доступність технологій
Отримання консолідованого із нано- і мікропорошків КНБ ріжучого інструменту методом спікання у АВТ	Спікання при високих тиску і температурі у АВТ типу «тороїд»	Технологія наявна	Технологія доступна

За проведеними дослідженнями можна зробити висновок, що розробка та реалізація даної технології не створює жодних перешкод, оскільки вона існує на ринку та доступна для реалізації.

8.4 Аналіз ринкових можливостей запуску стартап-проекту

Визначення ринкових можливостей, які можна використати під час ринкового впровадження проекту, та ринкових загроз, які можуть перешкодити реалізації проекту, дозволяє спланувати напрями розвитку проекту із урахуванням стану ринкового середовища, потреб потенційних клієнтів та пропозицій проектів-конкурентів.

Сегмент споживачів: для аналізу попиту на ринку дослідження звузимо до рівня м. Києва.

Ринок споживачів – нішевий (вузький профіль – виробництва, які використовують надміцні ріжучі інструменти).

Канали збуту: використовуються прямі канали збуту. Безпосередній контакт з потенційними покупцями через візити на підприємства та презентації товару. Контакт через тематичні та галузеві виставки та конференції. Збут через інтернет-ресурси (інтернет-магазин).

Взаємодія зі споживачами: особисті контакти, по телефону, електронній пошті. Застосування програм лояльності. Із потенційними споживачами – підтримка інформаційних інтернет-ресурсів: сайт проекту, блог новин проекту, виставки, конференції.

Для визначення актуальності вкладення грошових та матеріальних ресурсів на впровадження даної технології варто зрівняти діючу облікову ставку НБУ та середню норму рентабельності ринку (20 %). З 25.10.2019 р. НБУ прийняло рішення про зниження облікової ставки до 15,5 %. Таким чином, рентабельність ринку є вищою, що свідчить про те, що даний проект є привабливим для інвестування.

Визначаємо потенційні групи клієнтів, їх характеристики, та формуємо орієнтовний перелік вимог до товару для кожної групи наведено в таблиці 8.3.

Таблиця 8.3 – Характеристика потенційних клієнтів стартап-проекту

№	Потреба що формує ринок	Цільова аудиторія (цільові сегменти ринку)	Відмінності у поведінці різних потенційних цільових груп клієнтів	Вимоги споживачів до товару
1	Застосування довговічних ріжучих інструментів	Виробництва, заводи	<ul style="list-style-type: none"> - новітня техніка та технології, які застосовуються; - швидкість та високий об'єм виготовлення продукції; - надійність, висока в'язкість 	<ul style="list-style-type: none"> якість; допустима собівартість; надання чітких гарантій; швидкість виконання

Після визначення потенційних груп клієнтів проводиться аналіз ринкового середовища: складаються таблиці факторів, що сприяють ринковому впровадженню проекту, та факторів, що йому перешкоджають приведено в таблиці 8.4 та 8.5. Фактори в таблиці подано в порядку зменшення значущості.

Після аналізу конкуренції проводиться більш детальний аналіз умов конкуренції в галузі (за моделлю п'яти сил М. Портера).

М. Портер вирізняє п'ять основних факторів, що впливають на привабливість вибору ринку з огляду на характер конкуренції:

- контурент, що вже є у галузі;
- потенційні конкуренти;
- наявність товарів-замінників;
- постачальники, що конкурують за ринкову владу;

— споживачі.

Таблиця 8.4 – Фактори загроз

№	Фактор	Зміст загрози	Можлива реакція компанії
1	Загроза появи нових конкурентів	Нові конкуренти привносять у галузь нові виробничі потужності й прагнуть роздобути частку ринку збуту, тим самим, знижуючи позиційний прибуток	Знижує загальний потенціал прибутковості в галузі. Запекла конкуренція в галузі знижує прибутковість, тому що за те, щоб зберегти конкурентоспроможність, призводить до додаткових витрат (витрати на рекламу, організацію збуту, науково-дослідні й дослідно-конструкторські розробки (НДДКР)).

Продовження таблиці 8.4

№	Фактор	Зміст загрози	Можлива реакція компанії
2	Обмежений ринок	Достатня кількість продукції, яка завоювала статус бренда	Скорочення обсягів продажів у результаті порушення договірних зобов'язань.
3	Слабкий рівень технічної оснащеності	Зростання кількості потребуючої продукції, в свою чергу збільшення кількості та якості технічного обладнання	- втрати дохідності бізнесу в результаті зниження рівня репутації; - скорочення обсягів виробництва

Таблиця 8.5 – Фактори можливостей

№	Фактор	Зміст можливості	Можлива реакція компанії
1	Вихід на нові ринки або сегменти ринку	Можливості розширення виробництва, збуту.	Збільшує кількість продукції, що у свою чергу призводить до розширення виробничої діяльності
2	Розвиток НДДКР	Можливість розширення якості та швидкості вихідної продукції	Нові технології сприяють зменшенню собівартості послуги, а, відповідно, і її вартості для клієнтів; збільшенню обсягів продажу; створення/видозміна послуги.

Продовження таблиці 8.5

№	Фактор	Зміст можливості	Можлива реакція компанії
3	Високий рівень технічної оснащеності	Можливість вербування високо кваліфікаційних спеціалістів. Вихід на новий більш прибутковий ринок	Збільшення якості та кількості продукції

Фінальним етапом ринкового аналізу можливостей впровадження проекту є складання SWOT-аналізу (матриці аналізу сильних (Strength) та слабких (Weak) сторін, загроз (Troubles) та можливостей (Opportunities) на основі виділених ринкових загроз та можливостей, а також сильних і слабких сторін приведено в таблицях 8.6 та 8.7.

Таблиця 8.6 – SWOT-аналіз стартап-проекту (Слабкі та сильні сторони)

Сильні сторони (S):	Слабкі сторони (W):
<ul style="list-style-type: none"> ● молодий і кваліфікований колектив; ● порівняно недорогі початкові матеріали; ● наявність власного устаткування; ● послуга нова для ринку. 	<ul style="list-style-type: none"> ● можливі труднощі при серійному виробництві через необхідний режим; ● додаткові транспортні витрати.

Таблиця 8.7 – SWOT-аналіз стартап-проекту (Можливості та загрози)

Можливості (О):	Загрози (Т):
<ul style="list-style-type: none"> ● посилення позиції на ринку; ● вихід на нові сегменти ринку; ● збільшення різноманітності ● підвищення кваліфікації персоналу в галузі сучасних технологій, менеджменту та маркетингу. 	<ul style="list-style-type: none"> ● виникнення конкурентного тиску; ● копіювання конкурентами; ● поява нових конкурентів з товарами-замінниками.

Перелік ринкових загроз та ринкових можливостей складається на основі аналізу факторів загроз та факторів можливостей маркетингового середовища. Ринкові загрози та ринкові можливості є наслідками (прогнозованими результатами) впливу факторів, і, на відміну від них, ще не є реалізованими на ринку та мають певну ймовірність здійснення. Наприклад: зниження доходів потенційних споживачів – фактор загрози, на основі якого можна зробити прогноз щодо посилення значущості цінового фактору при виборі товару та відповідно, – цінової конкуренції (а це вже – ринкова загроза).

Перелік слабких та сильних сторін та властивостей ідеї потенційної послуги є підґрунтям для формування його конкурентоспроможності. Нові ріжучі інструменти на основі консолідованого при високих тисках і температурах кубічного нітриду бору із використанням частинок нанодіапазону дає можливість виготовляти та випускати високоякісну продукцію для клієнта і з покращеними цільовими властивостями у порівнянні з наявними пропозиціями.

8.5 Розроблення ринкової стратегії проекту

Структура ринкової стратегії, тобто рішень, що визначають взаємовідносини підприємства з ринком ресурсів, багато в чому аналогічна структурі товарно-ринкової стратегії підприємства. Так само як і у випадку товарно-ринкової стратегії, мова тут йде про двох сферах стратегічних рішень: по-перше, рішень, що визначають поведінку підприємства на ринках матеріальних факторів виробництва; по-друге, рішень про номенклатуру, обсяги та якість придбаних і використовуваних усередині підприємства ресурсів.

Ринкова стратегія підприємства розробляється на основі досліджень і прогнозування кон'юнктури товарного ринку, вивчення покупців, вивчення товарів, конкурентів та інших елементів ринкового господарства. Найбільш поширеними стратегіями маркетингу є:

- проникнення на ринок;
- розвиток ринку;
- розробка товару;
- диверсифікація.

Спираючись на основні характеристики послуги, варто визначитись з базовою стратегією розвитку підприємництва. Оскільки дана послуга передбачає менші витрати, порівняно із схожими видами послуг, варто застосувати стратегію спеціалізації. Це є доцільним, оскільки підприємство може завоювати клієнтів як за допомогою меншої вартості наданих послуг, так і за допомогою диференціації.

Наступним кроком є вибір базової стратегії конкурентної поведінки, результати якої зведено в таблицю 8.8.

Таблиця 8.8 – Визначення базової стратегії конкурентної поведінки

Чи є проект "першопрохідцем" на ринку?	Чи буде компанія шукати нових споживачів, або забирати існуючих у конкурентів?	Чи буде компанія копіювати основні характеристики товару конкурента, і які?	Стратегія конкурентної поведінки
Даний проект частково є «першопрохідцем на ринку»	Компанія буде шукати нових споживачів, з розширенням продукції, компанія буде на вигідних умовах забирати споживачів у конкурентів	Компанія не буде копіювати характеристики товару, а спиратиметься лише на власні розробки	Стратегія спеціалізації

8.6 Розроблення маркетингової програми стартап-проекту

Першим кроком є формування маркетингової концепції товару, який отримає споживач. Для цього у таблиці 8.9 підсумували результати попереднього аналізу конкурентоспроможності товару.

Методика, яку планується використовувати, є унікальною. Тому задля забезпечення її від копіювання конкурентами, можна запатентувати методику.

Таблиця 8.9 – Визначення ключових переваг концепції потенційного товару

Потреба	Вигода, яку пропонує товар	Ключові переваги перед конкурентами (існуючі або такі, що потрібно створити)
Обробка надтвердих матеріалів, твердих сплавів	Висока міцність, в'язкість, якість	Використання нанорозмірних частинок дозволить створити більш міцний каркас у матеріалі та показувати кращі властивості ніж аналоги

8.7 Формування системи збуту

Аналіз системи збуту передбачає визначення ефективності кожного елемента цієї системи, оцінювання діяльності апарату працівників збуту. Аналіз витрат обігу передбачає зіставлення фактичних збутових витрат за кожним каналом збуту і видом витрат із запланованими показниками для того, щоб виявити необґрунтовані витрати, ліквідувати затрати, що виникають у процесі руху товарів і підвищити рентабельність наявної системи збуту. Організація збуту в процесі аналізу відіграє дуже важливу роль, оскільки забезпечує зворотний зв'язок виробництва з ринком, є джерелом інформації про попит та потреби споживачів. Ось чому розробку збутової політики кладуть в основу програми аналізу як щодо кожного продукту, так і по виробничому відділенню загалом. Якщо на основі розрахунків з'ясовують, що витрати на реалізацію нового товару дуже високі й не дають змоги забезпечити необхідний рівень рентабельності, то керівництво виробничого відділення може прийняти ухвалу про недоцільність подальшої розробки та впровадження у виробництво певного товару. Фахівці-аналітики можуть не лише визначити майбутню прибутковість виробу, а й ввести свої пропозиції щодо його вдосконалення і нових можливостей використання відповідних виробів у інших сферах.

При виборі програми збуту варто звернути увагу на те, що цільова аудиторія включає переважно осіб із середнім рівнем доходів. Таким чином, реклама та збут можуть збільшити витрати, які прямо чи опосередковано впливають на вартість послуги, не більше, ніж на 10 %. Зважаючи на вищевказане, каналами збуту можуть бути реклама в Інтернеті (соціальні мережі, дошки безкоштовних оголошень тощо), рекламні листівки, банери та інші відносно недорогі види реклами.

До завдань реклами відноситься, в першу чергу, інформування про відкриття підприємства, що запровадило унікальну послугу для зміцнення поверхні корпусів.

8.8 Висновки до розділу стартап-проекту

Незважаючи на всі за і проти, розробка даного проекту є досить перспективною, оскільки сучасний ринок потребує використання більш довговічних та якісних різців. Ріжучий інструмент із покращеними щодо існуючих на ринку значеннями густини і твердості має зацікавити потенційних клієнтів за рахунок своєї покращеної надійності та довговічності.

Стартап-проект має переваги над конкурентами, ідея є свіжою і має потенціал для розвитку, подальша імплементація і покращення технології призведе до підвищення рентабельності, що зробить проект більш привабливим для інвестицій.

ВИСНОВКИ

1. Особливістю холодного пресування в АВТ нанопорошку *c*BN, на відміну від мікропорошків, є більш високий коефіцієнт ізостатичності і значно менша густина компактів. Характеристики ущільнення під впливом високого тиску без термічної активації порошків з вмістом 5–15% нанофракцій *c*BN наближають їх до мікропорошків, тоді як 30% нанофракцій в суміші наближає її до нанорозмірного порошку.

2. За даними XRD-аналізу при температурах 1300–1750 К еволюція реальної структури в нанопорошку *c*BN і в суміші з 15% нанофракцій подібні: пластичну деформацію значимо активує тиск. Відпал дефектів структури в нанопорошку був ідентифікований при 2300–2700 К, а в суміші з 15% нанофракцій починається раніше, при 2100 К.

3. Перевагою монофазних полікристалів, отриманих з порошків *c*BN, що містять нанорозмірні фракції (15%) в суміші з субмікронним порошком, є їх значно вищі густина і твердість, ніж такі характеристики в монофазних полікристалах з нанопорошку *c*BN.

4. За даними електронної мікроскопії і мікрофрактографії розмір і розподіл зерен в структурі полікристалів успадковує розмір і розподіл частинок вихідного порошку, а руйнування полікристалу – по міжкристалітному типу. Структура границь зерен, сформована за участю нанорозмірних частинок, не забезпечує їх міцність.

CONCLUSIONS

1. The feature of cold pressing in HPA nanopowder *c*BN, in contrast to microparticles, is a higher coefficient of isostatic and a significantly lower density of compacts. The characteristics of the seal under the influence of high pressure without thermal activation of powders containing 5-15% of *c*BN nanofractions close them to microparticles, while 30% of the nanofractions in the mixture bring it closer to the nanosized powder.

2. According to the XRD analysis at temperatures of 1300-1750 K, the evolution of the real structure into *c*BN nanopowders and in a mixture of 15% nanofractions is similar: plastic deformation significantly activates the pressure. The anomalies of the structure defects in the nanopowders were identified at 2300-2700 K, and in a mixture of 15% of nanofractions began earlier at 2100 K.

3. The advantage of monophase polycrystals obtained from *c*BN powders containing nanoscale fractions (15%) in a mixture with submicron powder is their much higher density and hardness than those in monophase polycrystals of *c*BN nanopowders.

4. According to the data of electronic microscopy and microfacrography, the size and distribution of grains in the structure of polycrystals inherits the size and distribution of the particles of the initial powder, and the destruction of the polycrystal in the intercrystal type. The grain boundary structure, formed with the participation of nanosized particles, does not provide their strength.

ПЕРЕЛІК ДЖЕРЕЛ ПОСИЛАНЬ

1. Вивчення закономірностей утворення наноструктур полікристалічних надтвердих матеріалів в процесі спікання порошків алмазу та кубічного нітриду бору під високим тиском в регульованому середовищі [Текст]: наук. звіт – 2004 / кер. чл.-кор. НАНУ О. О. Шульженко. – К.: ІНМ НАНУ ім. В. М. Бакуля, 2004. – 122с.
2. Siegel R. W. Nanostructured Materials [Електронний ресурс] / R. W. Siegel. – Режим доступу: <http://nanophase.com/about-us/history/>. – Назва з екрана. – Дата перегляду: 17.10.2019.
3. Nanophase Technologies Corporation [Електронний ресурс] – Режим доступу: <http://www.nanophase.com/>. – Назва з екрана. – Дата перегляду: 05.09.2019.
4. Suryanarayana C. Nanocrystalline materials – Current research and future directions [Text] / Suryanarayana C., Koch C. C. // Hyperfine Interactions. – 2000. - №130 (1–4). – P. 5–44.
5. Gleiter H. Nanostructured materials: basic concepts and microstructure. – 2000. – №48 – P.1–29.
6. J. Scientific American [Електронний ресурс]. – Режим доступу: <http://nano.xerox.com/> – Назва з екрана. – Дата перегляду: 15.10.2018.
7. Рагуля А. В. Новые процессы консолидации наноструктурных керамических материалов и наноккомпозитов [Текст] / Рагуля А. В., Скороход В. В. // Нанорозмірні системи. Електронна, атомна будова і властивості: тези конференції НАНСИС-2004, 12-14 жовтня, Київ, Україна. – К., 2004. – С. 34.
8. Особенности спекания нанометричных алмазных порошков, термообработанных в вакууме [Текст] / Шульженко А. А., Бочечка А. А., Романко Л. А. [и др.] // Сверхтвердые материалы. – 2000. – №6. – С. 50–56.
9. Спекание алмазного нанопорошка статического синтеза и свойства поликристаллов на его основе [Текст] / Шульженко А. А., Бочечка А. А., Олейник Г. С. [и др.] // Сверхтвердые материалы. – 2001. – №5. – С.29–37.

10. Получение и исследование порошков кубического нитрида бора в субмикро и нано диапазонах [Текст] / Богатырева Г. П., Шульженко А. А., Беженар Н. П. [и др.] // Новейшие технологии в порошковой металлургии и керамике. – К.: ИПМ НАН Украины, 2003. – С. 294–295.

11. Фазовое превращение $\text{BN}_{\text{сф}} \rightarrow \text{BN}_{\text{г}}$ при спекании порошков кубического нитрида бора с размером частиц в нанодиапазоне [Текст] / Беженар Н. П., Божко С. А., Белявина Н. Н. [и др.] // Новейшие технологии в порошковой металлургии и керамике. – К.: ИПМ НАН Украины, 2003. – С. 292–293.

12. Перестройка деформационной субструктуры поликристаллов при спекании в условиях высоких давлений микронных и субмикронных порошков КНБ [Текст] / Беженар Н. П., Шульженко А. А., Божко С. А. [и др.] // Сверхтвердые материалы, – №4. – 2002. – С. 24–34.

13. Сидоренко С. И. Материаловедение тонкопленочных наноструктур. Диффузия и реакции [Текст] / Сидоренко С. И., Макогон Ю. Н., Волошко С. М. – К.: Наукова думка, 2000. – 572 с.

14. Application Areas for PCBN Materials [Text] / J. Barry, G. Akdogan, P. Smyth [et.al.] // 1 st International Industrial Diamond Conference 20-21 October 2005 Barcelona: - Spain: Barcelona, 2005. – P. 134.

15. Polycrystalline cubic boron nitride (Amborite) / Element six [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.e6.com/e6/intro.html/> – Назва з екрана. – Дата перегляду 23.10.2018.

16. PCBN Cutting Tool Products [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://www.megadiamond.com/products_pcbn.aspx. – Назва з екрана. – Дата перегляду 23.10.2018.

17. Sumiboron PCBN Blanks [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.sumitomodiamond.com/boron.html/> – Назва з екрана. – Дата перегляду 23.10.2018.

18. Новый сверхтвердый материал киборит и области его применения / Новиков Н. В., Шульженко А. А., Беженар Н. П. [и др.] // Научно-технический и

гуманитарный сборник Международной академии Contenant, Российское отделение. – 2002, июль. – С. 8–10.

19. Siegel R. W. In Encyclopedia Applying Physique [Text] / ed. G. L. Trigg., №11. – 1994. – P. 173.

20. Скороход В. В. Некоторые проблемы технологии получения, исследования структуры и свойств нанокристаллических материалов [Текст] / Нанокристаллические материалы. – Киев: ИПМ НАНУ. – 1998. – С. 4–13.

21. Alves H., Ferreira M., Koester U., Material Science Forum [Text] / vol.179–181., 1995. – P. 449–454.

22. Сидоренко С. И. Материаловедение тонкопленочных наноструктур. Диффузия и реакции [Текст] / Сидоренко С. И., Макогон Ю. Н., Волошко С. М. – К.: Наук.думка. – 2000. – 572 с.

23. Скороход В. В. Фізико-хімічна кінетика в наноструктурних системах [Текст] / Скороход В. В., Уварова І. В., Рагуля А. В. – Київ: Академперіодика, 2001. – 180 с.

24. Гузь А. Н. Наноматериалы. О механике наноматериалов [Текст] / Гузь А. Н., Рушицкий Я. Я. // Прикладная механика. – 39, №11. – 2003. – С. 36–69.

25. Рыбин В. В. Большие пластические деформации и разрушение металлов [Текст]. – М.: Металлургия, 1986. – 224 с.

26. Андриевский Р. А. Получение и свойства нанокристаллических тугоплавких соединений [Текст] / Успехи химии. – 1994. – 63, №5. – С.431–448.

27. Перестройка деформационной субструктуры поликристаллов при спекании в условиях высоких давлений микронных и субмикронных порошков КНБ [Текст] / Беженар Н. П., Шульженко А. А., Божко С. А. [и др.] // Сверхтв.материалы. – 2002. – №4. – С.24–34.

28. Третьяков Ю. Д. Синтез функциональных нанокомпозитов на основе твердофазных нанореакторов [Текст] / Третьяков Ю. Д., Лукашин А. В., Елисеев А. А. // Успехи химии, 73, вып.9. – 2004. – С. 974–998.

29. Особенности спекания нанометричных алмазных порошков, термообработанных в вакууме [Текст] / Шульженко А. А., Бочечка А. А., Романко Л. А. [и др.] // Сверхтвердые материалы. – 2000. – №6. – С.50–56.

30. Спекание алмазного нанопорошка статического синтеза и свойства поликристаллов на его основе [Текст] / Шульженко А. А., Бочечка А. А., Олейник Г. С. [и др.] // Сверхтвердые материалы. – 2001. – №5. – С.29–37.

31. Применение алмазных нанопорошков для увеличения прочности композита на основе алмаза и карбида кремния [Текст] / Шульженко А. А., Гаргин В. Г., Бочечка А. А. [и др.] // Сверхтвердые материалы. – 2000. – №3. – С.3–15.

32. Фирстов С. А. Структурная чувствительность параметров упрочнения и предельных механических характеристик наноматериалов [Текст] / Фирстов С. А., Подрезов Ю. Н. – Сверхтвердые материалы. – 2000. – №3. – С.39.

33. Мильман Ю. В. Особенности механического поведения нанокристаллических и некристаллических материалов [Текст] / Мильман Ю. В., Гончарова И. В. – Сверхтвердые материалы. – 2000. – №3. – С.40.

34. Фирстов С. А. Концепция вредных и полезных примесей в структурной инженерии границ раздела наноматериалов [Текст] / Фирстов С. А. Подрезов Ю. Н., Даниленко Н. И. – Сверхтвердые материалы. – 2000. – №3. – С.67.

35. Никитин Ю.И. Технология изготовления и контроль качества алмазных порошков [Текст]. – Киев: Наук. думка, 1984. – 263 с.

36. Беженарь Н. П. Квазиизостатические условия холодного прессования и спекания порошков кубического нитрида бора в аппаратах высокого давления типа тороид [Текст] / Беженарь Н. П., Божко С. А. // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов. – Киев: ИСМ НАН Украины, 2000. – С.112–119.

37. Беженар М. П. Наукові основи спікання композитів кубічного нітриду бору при високому тиску [Дисертація д.т.н.] – Київ: ІНМ НАНУ. – 2001.

38. Полиморфные модификации углерода и нитрида бора [Текст] / Курдюмов А. В., Малоголовец В. Г., Новиков Н. В. [и др.]: Справ. – М.: Металлургия, 1994. – 318 с.

39. Основи охорони праці [Текст] : підручник / К. Н. Ткачук, М. О. Халімовський, В. В. Зацарний [та ін.] – К. : Основа, 2011. – 474 с.

40. Беженар М.П. Твердость и абразивная стойкость керамики на основе кубического нитрида бора и возможности их повышения / Беженар М. П., Нагорний П. А., Боженок В. Н. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: сборник научных трудов. – Вып.7. – Киев : ИСМ им. В.Н. Бакуля, 2004. – С. 164–168.